

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI SENYAWA KOMPLEKS LOGAM GADOLINIUM(III)
DENGAN LIGAN 2-METIL IMIDAZOLE MENGGUNAKAN METODE SOLVOTERMAL**

SKRIPSI

Oleh:
MUHAMAD ABDUL MUHYI
NIM. 18630035



**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2023**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI SENYAWA KOMPLEKS LOGAM GADOLINIUM(III)
DENGAN LIGAN 2-METIL IMIDAZOLE MENGGUNAKAN METODE SOLVOTERMAL**

SKRIPSI

**Oleh:
MUHAMAD ABDUL MUHYI
NIM 18630035**

**Diajukan Kepada:
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang
Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan dalam
Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)**

**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2023**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI SENYAWA KOMPLEKS LOGAM GADOLINIUM(III)
DENGAN LIGAN 2-METIL IMIDAZOLE MENGGUNAKAN METODE SOLVOTERMAL**

SKRIPSI

Oleh:
MUHAMAD ABDUL MUHYI
NIM 18630035

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal : 22 Desember 2023

Pembimbing I



Nur Aini, M.Si
NIP. 19840608 201903 2 009

Pembimbing II



Oky Bagas Prasetyo, M.Pd
NIDT. 19890113 20180201 1 244

Menggetahui,
Ketua Program Studi



Rachmawati Wahyuni, M.Si
NIP. 19810811 200801 2 010

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI SENYAWA KOMPLEKS LOGAM GADOLINIUM(III)
DENGAN LIGAN 2-METIL IMIDAZOLE MENGGUNAKAN METODE SOLVOTERMAL**

SKRIPSI

Oleh:
MUHAMAD ABDUL MUHYI
NIM 18630035

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)

Penguji Utama : Dr. Anton Prasetyo, M.Si
NIP. 19770925 200604 1 003

Ketua Penguji : Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si
NIP. 19831226 201903 2 008

Sekretaris Penguji : Nur Aini, M.Si.
NIP. 19840608 201903 2 009

Anggota Penguji : Oky Bagas Prasetyo, M.Pd
NIDT. 19890113 20180201 1 244

(.....)

(.....)

(.....)

(.....)

Mengetahui,
Kepala Program Studi



Widyadarmas, M.Si
NIP. 19870520 200801 2 010

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Muhamad Abdul Muhyi
NIM : 18630035
Jurusan : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Logam Gadolinium(III) dengan Ligan 2-Metil Imidazole Menggunakan Metode Solvotermal

Menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini benar-benar merupakan hasil karya sendiri, bukan merupakan pengambilan data, tulisan, ataupun pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya sendiri, kecuali dengan mencantumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 27 Desember 2023
Yang Membuat Pernyataan,



Muhamad Abdul Muhyi
NIM. 18630035

HALAM PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan untuk:

Kepada guru, Al Ustadz Imam Al Habr Al Quthub Al Habib Abdul Qodir bin Ahmad Bilfaqih al-'Alawy R.A dan Al Habib 'Abdullah bin 'Abdul Qadir bin Ahmad Balfaqih al-'Alawy R.A sebagai tempat mengadu dan kembali disaat sedih dan senang, berziarah kepada beliau memberikan ketenangan batin, jiwa, dan raga, semoga saya bisa menjadi bagian dari murid Beliau. (Amin)

Kedua orang tua tercinta, Bapak Munir dan Ibu Siti Hasbiah yang senantiasa memberikan kasih sayang, didikan, serta do'a yang selalu mengiringi tiap langkah saya. Kepada saudara saya, Mukmin, Muksin, Zahid, Saniah, Anshor, dan Fadlah. Khususnya *my old sister* Siti Madinatul Munawarah dan *my old brother* Ruslan Maulana yang banyak membantu saya dalam urusan materil dan motivasi.

Bapak Ibu dosen dan mu'allim, khususnya Pembimbing Skripsi saya Ibu Nur Aini, M.Si dan Bapak Oky Bagas Prasetyo, M.Pd, serta penguji sekaligus dosen wali saya Bapak Dr. Anton Prasetyo, M.Si dan Ibu Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si yang telah membimbing serta mengajari saya dengan penuh ketulusan dan kesabaran.

Keluarga Besar Ponpes Al-Ikhlas Megamendung-Bogor atas do'a, penyemangat, dan tempat yang selalu saya rindukan. Kepada keluarga Ma'had Sunan Ampel al-'Ali UIN Maulana Malik Ibrahim Malang Malang khususnya rekan-rekan Musyrif mabna Ibn Rusyd 90, Ibn Sina 01, Ibn Rusyd 12, dan Muysrif/ah Majesty yang telah memberikan pengalaman berharga, kenyamanan, dan kenangan yang sangat luar biasa selama di Malang.

Kepada sahabat-sahabat Kimia B (Bismillah) dan Krypton angkatan 2018, serta *Rare Earth Squad* (Santi, Qinur, Tihul) yang selalu memberikan *support* pada masa kuliah maupun masa penulisan skripsi ini. Semoga suatu saat kebersamaan dan pertemanan yang singkat ini bisa berbuah mengantarkan kita pada kesuksesan dan meraih apa yang dicita-citakan.

Reran-rekan Sistan 26, rekan SMA ajat, Firman, Ali, dan lainnya, rekan-rekan majlis-an yang selalu mengajak saya dalam kebaikan, dan group *syurgawi* bang Hamim, Khairil, dan Yudi atas cerita-cerita diluar nalarnya selama ini. Group senam Biji Merah yang fenomenal, rekan-rekan KKM Randugading, dan semua orang yang memberikan prasasti dalam perjalanan saya.

Mahasantri mabna Ibn Rusyd 90, Ibn Sina 01, Ibn Rusyd 12, dan khususnya mahasantri dampingan saya yang selalu mendengarkan 'celetukan' saya, ocehan, maupun nasihat saya semoga kalian menjadi orang yang sukses dan bermanfaat bagi agama, nusa, dan bangsa.

MOTO

وَأَعْبُدْ رَبَّكَ حَتَّىٰ يَأْتِيَكَ الْيَقِينُ

“dan sembahlah Tuhanmu sampai datang kepadamu kepastian (kematian)”

Al-Hijr: 99

§

“Don't stop when you are tired, but stop when you are finish”

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadirat Allah Swt. Yang Maha Pengasih dan Maha Penyayang, atas limpahan rahmat, taufiq, dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyusun skripsi yang berjudul **“Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Logam Gadolinium(III) dengan Ligan 2-Metil Imidazol Menggunakan Metode Solvotermal”** ini. Sholawat serta salam semoga senantiasa tercurahkan kepada junjungan kita Nabi Muhammad Saw. yang telah membimbing kita ke jalan yang diridhoi Allah Swt. Penulis mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah banyak membantu penulis dalam menyusun skripsi ini, baik secara langsung maupun tidak langsung. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Bapak Prof Dr. M. Zainuddin, M.A selaku rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Ibu Dr. Sri Harini, M.Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si selaku Ketua Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Beserta Seluruh dosen dan staff yang telah memberikan bantuan dan informasi yang diperlukan penulis selama menyusun skripsi ini.
4. Ibu Nur Aini, M.Si sebagai dosen pembimbing skripsi yang memberikan pengarahan dan membimbing dengan sabar hingga skripsi ini terselesaikan.
5. Bapak Oky Bagas Prasetyo, M.Ag sebagai dosen pembimbing agama yang memberikan pengarahan dalam integrasi dari ayat al-Qur'an.
6. Bapak Dr. Anton Prasetyo, M.Si sebagai dosen pembimbing akademik sekaligus dosen penguji I yang banyak memberikan arahan dan informasi dalam menyelesaikan masa pendidikan dan penyusunan skripsi ini.
7. Ibu Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si sebagai penguji yang banyak memberikan arahan dan masukan dalam penyusunan skripsi ini dengan penuh kesabaran sehingga skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik.

Penulis menyadari masih banyak kekurangan dalam penyusunan skripsi ini. penulis mengharapkan kritik dan saran dari pembaca untuk membangun skripsi yang lebih baik. Semoga skripsi yang penulis lakukan dapat bermanfaat untuk perkembangan ilmu pengetahuan selanjutnya.

Malang, 22 Desember 2023

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	iii
HALAMAN PENGESAHAN	v
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	vii
HALAM PERSEMBAHAN	ix
MOTO	xi
KATA PENGANTAR	xiii
DAFTAR ISI	xv
DAFTAR LAMPIRAN	xvii
DAFTAR GAMBAR	xix
DAFTAR TABEL	xxi
ABSTRAK	xxiii
ABSTRACT	xxv
مستخلص البحث	xxvii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Batasan Masalah	4
1.5 Manfaat Penelitian	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Karakteristik Senyawa Kompleks Berbasis Gadolinium(III)	5
2.2 Karakteristik Ligan 2-Metil Imidazol	9
2.3 Sintesis Senyawa Kompleks dengan Metode Solvotermal	13
BAB III METODE PENELITIAN	15
3.1 Pelaksanaan Penelitian	15
3.2 Alat dan Bahan	15
3.2.1 Alat	15
3.2.2 Bahan	15
3.3 Rancangan Penelitian	15
3.4 Tahapan Penelitian	15
3.5 Prosedur Kerja	16
3.5.1 Sintesis Senyawa Kompleks Gd(III)-2-Metil Imidazol dengan Metode Solvotermal	16
3.5.2 Karakterisasi dan Analisis Data Menggunakan Difraksi Sinar-X (XRD)	16
3.5.3 Karakterisasi dan Analisis Data Menggunakan Fourier Transform Infra Red (FTIR)	16
BAB IV PEMBAHASAN	19
4.1 Sintesis Senyawa Kompleks Gd(III)-2-Metil Imidazol dengan Metode Solvotermal ..	19
4.2 Karakterisasi dan Analisis Data Menggunakan Difraksi Sinar-X (XRD)	21
4.3 Karakteristik dan Analisis menggunakan Spektroskopi Inframerah (FTIR)	23
4.4 Analisa Kajian Sintesis Kompleks Gd(III)-2-Metil Imidazol	26
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	31
5.1 Kesimpulan	31
5.2 Saran	31
DAFTAR PUSTAKA	33
LAMPIRAN	37

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir Sintesis Gadolinium-2-Metil Imidazol	37
Lampiran 2. Perhitungan	39
Lampiran 3. Hasil Karakterisasi FTIR	36
Lampiran 4. Difraktogram Hasil Karakterisasi Menggunakan <i>powder</i> XRD	38

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Pola XRD dari $GdH_{12}N_3O_{15}$	7
Gambar 2.2	Kompleks molekul $[Gd(DMF)_2(phen)]Cl_3$. Atom Gd berwarna hijau, atom N berwarna biru, atom O berwarna merah, atom Cl berwarna kunberwarna merah, atom Cl berwarna kuning. Atom H tidak ditampilkan	7
Gambar 2.3	Spektrum inframerah dari gadolinium(III) nitrat	8
Gambar 2.4	Struktur a). imidazol dan b). 2-metil imidazol	9
Gambar 2.5	Hasil IR kompleks Mn-2-metilimidazol.....	10
Gambar 2.6	Difraktogram kontrol dan sampel perlakuan imidazol dan 2-metil imidazol.....	11
Gambar 4.1	Puncak difraksi gadolinium(III) nitrat, 2-metil imidazole, dan Gd_2O_3 dengan produk hasil sintesis pada variasi waktu sintesis 24, 48, dan 72 jam	19
Gambar 4.2	Spektra IR $Gd(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$, 2-metil imidazol dan produk hasil sintesis pada variasi waktu sintesis 24, 48, dan 72 jam.....	24
Gambar 4.3	Struktur Imidazol	26

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Sifat Fisik Gadolinium	5
Tabel 2.2 Senyawa kompleks berbasis 2-metil imidazole	12
Tabel 4.1 Hasil sintesis senyawa kompleks Gd(III) dan ligan 2-metil imidazol pada suhu 140°C dengan variasi waktu 24, 48, dan 72 jam.....	20
Tabel 4.2 Data bilangan gelombang 2-Metil Imidazol dan interpretasi spektra IR senyawa kompleks Gd-2-Metil Imidazol.....	25

ABSTRAK

Muhyi, Muhamad Abdul. 2023. **Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Logam Gadolinium(III) dengan Ligan 2-Metil Imidazol Menggunakan Metode Solvotermal**. Skripsi. Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Nur Aini, M.Si, Pembimbing II: Oky Bagas Prasetyo, M.Pd

Kata Kunci: Gadolinium, 2-Metil Imidazol, Solvotermal

Gadolinium(III) merupakan logam tanah jarang yang berasal dari bijih monasit yang saat ini banyak diteliti karena penggunaannya yang multifungsi. Senyawa kompleks gadolinium(III) dapat terbentuk berdasarkan pada ligan yang memiliki atom donor nitrogen dan oksigen. Ligan yang mengandung donor N dan O sering digunakan pada sintesis senyawa kompleks, seperti ligan 2-metil imidazol yang banyak dimanfaatkan pada bidang material baru MOF, penyimpanan hidrogen, dan senyawa obat. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui hasil sintesis senyawa kompleks dari logam gadolinium(III) dengan ligan 2-metil imidazol menggunakan metode solvotermal pada suhu 140°C dengan variasi waktu sintesis 24, 48, dan 72 jam. Karakteristik senyawa kompleks Gd-2-metil imidazol hasil sintesis menunjukkan pola difraksi sinar-X yang berbeda dengan *precursor* Gd(III) dan 2-metil imidazol. Sintesis pada waktu 24 menghasilkan pola difraksi pada puncak 2θ ($^{\circ}$) = 20,01 dan 49,24°. Sintesis pada waktu 48 jam menghasilkan pola difraksi pada puncak 2θ ($^{\circ}$) = 20,9; 31,3; 38,85; 49,09; 65,02; dan 78,06°. Sintesis pada waktu 72 menghasilkan pola difraksi pada puncak 2θ ($^{\circ}$) = 28,13 dan 44,6°. Hasil sintesis pada ketiga produk menunjukkan struktur amorf dengan terindikasi banyaknya *noise* yang muncul dan tidak terdapat serapan puncak-puncak yang tajam. Puncak difraksi yang terbentuk pada hasil sintesis menunjukkan kesesuaian dengan senyawa Gd₂O₃ yang dapat dibuktikan dengan adanya kesesuaiannya puncak pada posisi 2θ ($^{\circ}$) = 20.142, 28.636, dan 49.199°. Karakterisasi menggunakan FTIR menunjukkan puncak karakteristik yang mirip dengan *precursor* Gd(NO₃)₃.6H₂O. Hal ini ditunjukkan dengan adanya vibrasi tekuk ion nitrat (NO₃⁻) pada bilangan gelombang 1380-1350 cm⁻¹. Produk 1 muncul pada bilangan gelombang 1372,43 cm⁻¹, produk 2 muncul pada bilangan gelombang 1380,13 cm⁻¹, dan produk 3 muncul pada bilangan gelombang 1380,23 cm⁻¹. Hal tersebut diperkuat dengan adanya pita serapan vibrasi tekuk N=O yang muncul dengan bilangan gelombang 1604,75 cm⁻¹ pada produk 1, 1596,83 cm⁻¹ pada produk 2, dan 1380,23 cm⁻¹ pada produk 3.

ABSTRACT

Muhyi, Muhamad Abdul. 2023. **Synthesis and Characterization of Complex Gadolinium(III) with Ligands 2-Methyl Imidazole Using the Solvothermal Method**. Thesis. Departement of Chemistry Faculty of Science and Technology Maulana Malik Ibrahim State Islamic University. Supervisor I: Nur Aini, M.Si, Supervisor II: Oky Bagas Prasetyo, M.Pd

Keywords: Gadolinium, 2-Methyl Imidazole, Solvothermal

Gadolinium(III) is a rare earth metal derived from monazite ore that is currently widely researched due to its multifunctional use. Gadolinium(III) complex compounds can be formed based on ligands that have nitrogen and oxygen donor atoms. Ligands containing N and O donors are often used in the synthesis of complex compounds, such as 2-methyl imidazole ligands which are widely used in the fields of new MOF materials, hydrogen storage, and medicinal compounds. This study aims to determine the results of the synthesis of complex compounds of gadolinium (III) metal with 2-methyl imidazole ligand using solvothermal method at 140°C with variations in synthesis time of 24, 48, and 72 hours. The characteristics of the synthesized Gd-2 methyl imidazole complex compound showed different X-ray diffraction patterns with Gd(III) and 2-methyl imidazole precursors. Synthesis at time 24 produced diffraction patterns at peaks 2θ ($^{\circ}$) = 20.01 and 49.24°. Synthesis at 48 hours produced diffraction patterns at peaks 2θ ($^{\circ}$) = 20.9; 31.3; 38.85; 49.09; 65.02; and 78.06°. Synthesis at time 72 produced diffraction patterns at peaks 2θ ($^{\circ}$) = 28.13 and 44.6°. The results of the synthesis of the three products show an amorphous structure as indicated by the amount of noise that appears and there is no absorption of sharp peaks. The diffraction peaks formed in the synthesis results show compatibility with the Gd_2O_3 compound which can be proven by the presence of the peaks at positions 2θ ($^{\circ}$) = 20.142, 28.636, and 49.199°. Characterization using FTIR showed characteristic peaks similar to the precursor $Gd(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$. This is indicated by the bending vibrations of the nitrate ion (NO_3^-) at wave numbers 1380-1350 cm^{-1} . Product 1 appears at wave number 1372.43 cm^{-1} , product 2 appears at wave number 1380.13 cm^{-1} , and product 3 appears at wave number 1380.23 cm^{-1} . This is reinforced by the presence of N=O bending vibration absorption bands that appear with wave numbers 1604.75 cm^{-1} in product 1, 1596.83 cm^{-1} in product 2, and 1380.23 cm^{-1} in product 3. in product 3.

مستخلص البحث

المحيي, محمد عبد. ٢٠٢٣. تخليق وتوصيف مركبات المركب المعدني الجادولينيوم الثلاثي مع روابط ٢-ميثيل إيميدازول باستخدام طريقة سولفوثيرومرار. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا بجامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرف الأول: نور عيني، الماجستير. المشرف الثاني: أوكي باغاس فراسيطيو الماجستير

الكلمات الرئيسية: الجادولينيوم ، ٢-ميثيل إيميدازول ، سولفوثيرومال

الجادولينيوم الثلاثي هو معدن أرضي نادر مشتق من خام المونازيت الذي تتم دراسته حاليا على نطاق واسع بسبب استخدامه متعدد الوظائف. يمكن تكوين مركبات الجادولينيوم الثلاثي المعقدة بناء على الروابط التي تحتوي على ذرات مانحة للنيروجين والأكسجين. غالبا ما تستخدم الروابط التي تحتوي على مانحين N و O في تخليق المركبات المعقدة، مثل روابط ٢-ميثيل إيميدازول التي تستخدم على نطاق واسع في مجالات المواد الجديدة للأطر الفلزية العضوية، وتخزين الهيدروجين، ومركبات الأدوية. يهدف هذا البحث إلى معرفة نتائج تخليق المركبات المعقدة من معدن الجادولينيوم الثلاثي مع روابط ٢-ميثيل إيميدازول باستخدام طرق الذوبان الحراري عند درجة حرارة ١٤٠ درجة مئوية مع اختلافات في وقت التخليق ٢٤ و ٤٨ و ٧٢ ساعة. تتميز منتجات العينة باستخدام XRD لتحديد مرحلة العينة و FTIR لتحديد المجموعات الوظيفية للمركبات المعقدة. تظهر خصائص مركب الجادولينيوم الثلاثي المركب ب ٢-ميثيل إيميدازول نمطا مختلفا لحيود الأشعة السينية مع سلائف الجادولينيوم الثلاثي و ٢-ميثيل إيميدازول. في التوليف الزمني ٢٤ ينتج أنماط حيود عند قمة $2\theta = 20.01^\circ$ و 49.24° . في وقت ٤٨ ساعة، ينتج التوليف أنماط حيود عند قمة $2\theta = 20.09^\circ$ ، 31.3° ، 38.85° ، 49.09° ، 65.02° ، 78.06° . وفي وقت ٧٢ ساعة، ينتج التوليف أنماط حيود عند قمة $2\theta = 28.13^\circ$ و 44.6° . أظهرت نتائج التوليف في جميع المنتجات الثلاثة بنية غير متبلورة مع مؤشرات على ظه ور العديد من ضجيج ولا يوجد امتصاص للقمم الحادة. أشارت قمم الحيود التي تشكلت من نتائج التوليف إلى التوافق مع مركبات Gd_2O_3 والتي يمكن إثباتها من خلال ملاءمة القمم عند المواضع $2\theta = 20.142^\circ$ ، 28.636° و 49.199° . أظهر التوصيف باستخدام FTIR قمة مميزة مشابهة للسلائف $Gd(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$. يشار إلى ذلك من خلال وجود اهتزازات ثني أيون النترات (NO_3^-) عند الأرقام الموجية $1380-1350$ سم⁻¹. في المنتج ١ يظهر عند الرقم الموجي 1372 سم⁻¹، 43 سم⁻¹، وفي المنتج ٢ يظهر في رقم الموجة 1380 ، 13 سم⁻¹، وفي المنتج ٣ يظهر في رقم الموجة 1380 ، 23 سم⁻¹. يتم تعزيز ذلك من خلال وجود نطاق امتصاص اهتزازي منحنى N = O عند الأرقام الموجية 1604.75 سم⁻¹ في المنتج ١، 1596.83 سم⁻¹ في المنتج ٢، و 1380.23 سم⁻¹ في المنتج ٣.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Logam tanah jarang (LTJ) memegang peranan penting dalam kebutuhan produksi material modern saat ini, seperti dalam dunia superkonduktor, laser, optik elektronik, aplikasi LED dan iPad, bahan feromagnetik, farmakologi, dan lain sebagainya (Morais and Ciminelli, 2004). Di Indonesia terdapat 3 jenis mineral yang mengandung LTJ yaitu monasit, senotim, dan zirkon. LTJ umumnya terbentuk bersama-sama dengan unsur lainnya, seperti tembaga, uranium, emas, fosfat, dan besi sebagai mineral ikutan. Mineral yang paling umum adalah mineral monasit. Keberadaan monasit cukup tersedia di Indonesia, pada neraca Pusat Sumber Daya Geologi tahun 2007, tercatat sumber daya bijih monasit 185.992 ton (Suprpto, 2016).

Gadolinium(III) merupakan LTJ yang berasal dari bijih monasit yang saat ini banyak diteliti karena penggunaannya yang multifungsi. Paramagnetisme inheren dari Gd(III), dengan konfigurasi elektron $4f^7$ yang menghasilkan jumlah maksimum elektron tidak berpasangan membuatnya menjadi kandidat utama yang digunakan untuk zat kontras dalam pencitraan resonansi magnetik (Mukherjee, 2015 dan Thomas, 2019). Selain itu, dalam bidang fotodegradasi dopan tanah jarang gadolinium(III) dilokalisasi dengan orbital f yang terisi setengah bertindak sebagai pusat perangkap untuk pembawa muatan dan mengurangi laju rekombinasi elektron, yang dapat meningkatkan efisiensi fotokatalitik (Akshatha, dkk., 2020). Sehingga gadolinium dapat dimanfaatkan dalam bidang farmakologi seperti pencitraan MRI, maupun dalam bidang fotokatalitik. Hal ini dikarenakan gadolinium memiliki toksisitas yang rendah, stabilitas tinggi, dan relaksivitas tinggi (Cohen, dkk., 2000), serta sifat paramagnetisnya yang besar diantara unsur lantanida lain (Hyon, 2009).

Allah Swt berfirman dalam al-Qur'an surat Shad (38) Ayat 27:

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَطْلًا ۚ ذَٰلِكَ ظَنُّ الَّذِينَ كَفَرُوا ۚ فَوَيْلٌ لِلَّذِينَ كَفَرُوا مِنَ النَّارِ

Artinya: *“Dan Kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada antara keduanya tanpa hikmah. Yang demikian itu adalah anggapan orang-orang kafir, maka celakalah orang-orang kafir itu karena mereka akan masuk neraka.”*

Kata *وَمَا بَيْنَهُمَا بَطْلًا* dalam tafsir al-Misbah karangan M. Quraish Shihab, menunjukkan kepada manusia bahwa setiap apa yang ada di langit, bumi, dan yang ada diantara keduanya seperti udara, tumbuhan, batuan, mineral, dan lain-lain tidak ada yang sia-sia tanpa adanya hikmah. Ayat tersebut juga dijelaskan dalam tafsir Hidayatul Insan karangan Abu Yahya Marwan bin Musa, bahwasanya Allah Swt memberitahukan tentang sempurnanya

hikmah (kebijaksanaan)-Nya dalam menciptakan langit dan bumi, dan bahwa Allah Swt tidaklah menciptakan keduanya sia-sia (tanpa hikmah, faedah, dan maslahat). Allah Swt menciptakan keduanya (langit dan bumi) untuk memberitahukan kepada hamba kesempurnaan ilmu-Nya, kemampuan-Nya, kekuasaan-Nya, dan bahwa Allah Swt yang berhak disembah tidak selain-Nya yang tidak mampu menciptakan apa-apa, dan bahwa kebangkitan adalah hak, dan bahwa Allah Swt akan memutuskan masalah yang terjadi antara orang-orang yang baik dan orang-orang yang buruk. Dalam hal ini hikmah yang bisa kita ambil yaitu Allah Swt telah menciptakan segala sesuatu untuk manusia agar dimanfaatkan sebaik-baiknya. Salah satu ciptaan-Nya yaitu mineral monasit yang banyak mengandung logam tanah jarang seperti gadolinium(III) yang saat ini banyak dimanfaatkan. Aplikasi gadolinium, sebagai salah satu unsur tanah jarang, yang semakin luas telah mendorong dilakukannya banyak penelitian untuk mendapatkan gadolinium dengan kemurnian tinggi dalam skala besar. Gadolinium dalam bentuk murni memiliki nilai ekonomis tinggi yang banyak digunakan untuk keperluan industri, kedokteran, kimia, dan metalurgi (Pratiwi, dkk., 2022).

Penelitian berbasis gadolinium(III) sudah banyak diteliti dengan metode yang berbeda. Seperti senyawa kompleks termotabil anhidrat baru dari gadolinium(III) dengan asam 2,5-dimetoksibenzoat disintesis secara elektrokimia, menghasilkan senyawa kompleks $Gd(2,5-MeOBenz)_3$ dengan kemurnian mencapai 80% (Narazenko, 2021). Selain itu, Fauzia (2016) telah berhasil memodifikasi sintesis gadolinium dengan *diethylene-triamine-pentaacetate* (Gd-DTPA) sebagai zat pengontras MRI dengan metode sintesis menggunakan waktu refluks 1, 2, dan 3 jam menghasilkan rendemen sebesar 81,76%. Selain sebagai pengontras MRI, gadolinium(III) yang didoping magnesium zirkonat ($MgZrO_3$) berhasil disintesis menggunakan metode solvotermal pada suhu $180^\circ C$ pada variasi waktu sintesis 12, 24, 48, dan 72 jam. Hasil sintesis tersebut menunjukkan optimalisasi kondisi reaksi Gd- ZrO_3 efektif untuk degradasi fotokatalitik *Rhodamin B* pada waktu 72 jam, dan nano Gd- ZrO_3 mulai terbentuk dengan ukuran yang teratur pada waktu pemanasan 24, 48, dan 72 jam. Sehingga waktu pemanasan dapat mempengaruhi bentuk senyawa yang dihasilkan (Akshatha, dkk., 2020).

Senyawa kompleks gadolinium(III) dapat terbentuk berdasarkan pada ligan yang memiliki karakter multidentat dengan atom donor nitrogen dan oksigen (Miéville, dkk., 2011). Imidazol adalah suatu senyawa dengan dua atom nitrogen berbentuk cincin heterosiklik amina. Ligan turunan imidazol bertindak sebagai ligan penghubung yang memiliki 2 atom N pada cincin imidazol, sehingga dapat menjadi penghubung antar logam (Martak, 2018). Turunan imidazole biasanya berasal dari 2-metil imidazole (Paone, 2008). 2-metil imidazole juga banyak diteliti dalam pembentukan senyawa kompleks (Harahap, 2017), kompleks polimer (Kadota, dkk., 2017), dan *metal organic frameworks* (MOF) (Wang, dkk., 2018). Senyawa imidazol dan turunannya terbukti memiliki aktivitas farmakologi seperti antiinflamasi (Chawla, dkk., 2012), antituberkulosis (Bhatnagar, dkk., 2011), antibakteri, antiparkinson, dan antikanker (Akkawi, dkk., 2012).

Senyawa kompleks dengan ligan turunan imidazol telah dilaporkan oleh Harahap (2017) berupa ion kobal(II) dengan ligan turunan imidazole yaitu 2-metil imidazol dan 2,4,5-trifenil-1*H*-imidazol yang disintesis dengan metode solvotermal pada suhu 120°C selama 24 jam. Kompleks tersebut menghasilkan padatan $[(Co)_2(2\text{-metil imidazol})(H_2O)_{10}]Cl_4$ yang memiliki morfologi seperti kubik berukuran kecil dan kompleks $[(Co)_2(2,4,5\text{-trifenilimidazol})(H_2O)_8]Cl_4$ memiliki morfologi kubik bertumpuk dengan ukuran lebih lebar. Hasil tersebut menunjukkan senyawa kompleks tersebut dapat berpotensi sebagai agen antikanker. Penelitian lain yang dilakukan oleh Venna, dkk., (2010) berhasil mensintesis logam Zn(II) dengan ligan 2-metil imidazol pada suhu 140°C. Penelitian ini menghasilkan kompleks polimer dengan luas permukaan yang tinggi yaitu sebesar 1072 m²/g dan volume pori 0,53 cm³/g. Hamdan (2021) berhasil mensintesis logam Mn(II) dengan 2-metil imidazol pada suhu 140 dan 150°C selama 24 jam menggunakan metode solvotermal, penelitian tersebut menghasilkan luas permukaan dan ukuran pori yang besar yaitu 4,781 m²/g dan 3,42 nm pada suhu 140°C, serta luas permukaan 15,172 m²/g dan ukuran pori sebesar 3,05 nm pada suhu 150°C. Suhu optimum yang menghasilkan produk lebih baik terjadi pada suhu 140°C. Kompleks 2-metil imidazol yang memiliki luas permukaan tinggi berpotensi untuk diaplikasikan pada media penyimpanan, MOF, dan farmakologi. Berdasarkan beberapa hasil sintesis tersebut suhu solvotermal berpengaruh terhadap produk yang dihasilkan, baik dari luas permukaan, volume pori, massa padatan, dan morfologi senyawa kompleks.

Sintesis solvotermal menggunakan pelarut *N,N*-dimetilformamida (DMF) atau dietil formamida (DEF) merupakan suatu metode yang efektif untuk mendapatkan kristal dari senyawa kompleks yang berkualitas baik dengan ligan tipe karboksilat maupun imidazol. DMF atau DEF mudah mengalami hidrolisis di udara, membentuk asam format dan HNR_2 (R = Metil dan Etil). Amina yang terbentuk dapat meningkatkan deprotonasi asam karboksilat dan imidazol, serta menyebabkan karboksilat dan imidazol memiliki kemampuan untuk menjembatani logam pusat (Noro, 2013). Metode solvotermal juga memiliki keunggulan pada reaksi yang membutuhkan suhu tinggi dalam waktu yang relatif cepat (Huang, 2008).

Penelitian dalam pengembangan kompleks koordinasi gadolinium terus dilakukan karena potensi penggunaan kompleks tersebut dalam skala mikro dan makro. Jumlah penelitian yang dilaporkan dari penelitian senyawa kompleks berbasis gadolinium(III) dan ligan 2-metil imidazole masih sedikit, padahal keduanya berpotensi menghasilkan produk baru yang multifungsi. Eksplorasi material baru berbasis kompleks 2-metil imidazol dengan logam Gd(III) yang potensial menghasilkan senyawa kompleks baru, akan disintesis pada penelitian ini menggunakan metode solvotermal pada suhu sintesis 140°C dengan variasi waktu 24, 48, dan 72 jam.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, adapun rumusan masalah pada penelitian ini adalah:

- a. Bagaimana hasil sintesis senyawa kompleks logam gadolinium(III) dengan ligan 2-metilimidazol menggunakan metode solvotermal pada suhu sintesis 140°C dengan variasi waktu 24, 48, dan 72 jam?
- b. Bagaimana karakteristik senyawa kompleks logam gadolinium(III) dengan ligan 2-metilimidazol menggunakan metode solvotermal pada suhu sintesis 140°C dengan variasi waktu 24, 48, dan 72 jam?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dilakukannya penelitian ini adalah:

- a. Mengetahui hasil sintesis senyawa kompleks dari logam gadolinium(III) dengan ligan 2-metilimidazol menggunakan metode solvotermal pada suhu sintesis 140°C dengan variasi waktu 24, 48, dan 72 jam.
- b. Mengetahui karakteristik senyawa kompleks logam gadolinium(III) dengan ligan 2-metilimidazol menggunakan metode solvotermal pada suhu sintesis 140°C dengan variasi waktu 24, 48, dan 72 jam.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian ini antara lain:

- a. Metode yang digunakan pada penelitian adalah solvotermal pada suhu sintesis 140°C dengan variasi waktu 24, 48, dan 72 jam
- b. Pelarut yang digunakan adalah DMF dengan perbandingan mol logam dan ligan (1:2)
- c. Karakterisasi dilakukan menggunakan *X-ray diffraction (XRD)* dan *Fourier Transform Infra Red (FT-IR)*

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah memberikan informasi dan menambah wawasan mengenai senyawa kompleks dari gadolinium(III) dengan ligan 2-metilimidazol menggunakan metode solvotermal, serta diharapkan dapat menghasilkan produk baru yang multifungsi, baik dalam bidang industri, kedokteran, kimia, maupun metalurgi.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Karakteristik Senyawa Kompleks Berbasis Gadolinium(III)

Gadolinium merupakan suatu unsur logam tanah jarang yang berwarna putih keperakan, berkilau seperti logam dan mudah ditempa. Gd(III) pada suhu kamar mengkristal dalam bentuk heksagonal atau bentuk α dengan kerangka tertutup. Gd(III) pada pemanasan 1235°C, α -gadolinium berubah menjadi bentuk β yang memiliki struktur kubus berpusat badan (Tony, dkk., 1998). Gadolinium relatif stabil di udara kering, tapi mudah kusam di udara lembab dan membentuk lapisan oksida yang menempel dengan lemah. Bereaksi lambat dengan air dan mudah larut dalam asam encer. Gadolinium memiliki daya tangkap neutron termal tinggi dari semua unsur (Elsner, 2010).

Tabel 2. 1 Sifat Fisik Gadolinium (Anker, 2010)

Sifat	Karakteristik
Nomor atom	64
Berat molekul (g/mol.)	157,25
Densitas (g/cm ³)	7,90
Titik leleh (°C)	1312
Titik didih (°C)	3250
Konduktivitas termal (Wm ⁻¹ °K ⁻¹)	11
Sifat magnetik	Paramagnetik
Paramagnetik Kristalografi	Heksagonal

Sebagian besar senyawanya, gadolinium dalam bentuk ionik, memiliki bilangan oksidasi +3. Struktur elektronik atom gadolinium netral dapat direpresentasikan sebagai [Xe] 4f⁷5d¹6s². Dalam keadaan ioniknya, Gd⁺³ menggunakan elektron 6s² dan 5d¹ untuk ikatan. Tujuh elektron tidak berpasangan dalam orbital 4f menyebabkan efek paramagnetik yang kuat. Seperti kebanyakan ion lantanida, gadolinium(III) membentuk kompleks dengan bilangan koordinasi tinggi. Kecenderungan ini diilustrasikan dengan penggunaan ligan yang memiliki lebih dari satu atom donor pasangan atau polidentat, seperti ligan khelat turunan *diethylenetriamine pentaacetic acid* (DTPA) dan *tetraazacyclododecane tetraacetic acid* (DOTA) untuk mengikat gadolinium yang banyak digunakan dalam pengobatan sebagai agen kontras dalam pencitraan resonansi magnetik (MRI).

Gadolinium(III) bebas memiliki sifat beracun, sehingga harus berikatan dengan ligan yang mampu membentuk senyawa kompleks yang multifungsi agar aman apabila diaplikasikan. Berdasarkan firman Allah Swt dalam penggalan surat an-Nisa' ayat 29 yang berbunyi:

وَلَا تَقْتُلُوا أَنْفُسَكُمْ ۗ إِنَّ اللَّهَ كَانَ بِكُمْ رَحِيمًا

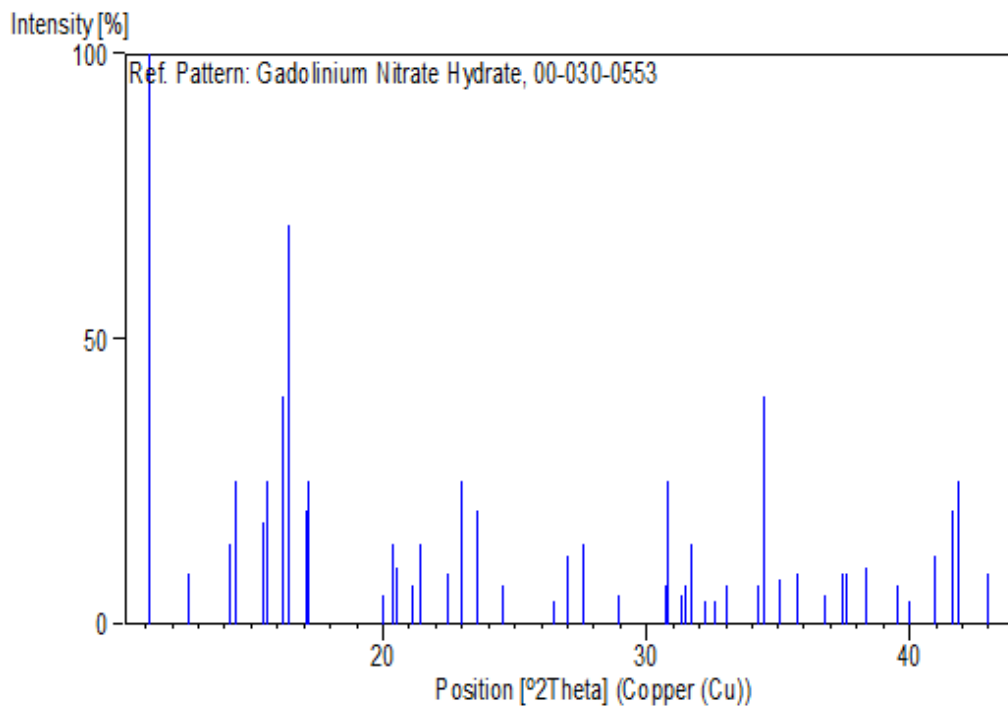
“Dan janganlah kamu membunuh dirimu; Sesungguhnya Allah Maha Penyanyang kepadamu” (QS. An-Nisa’: 29).

Dalam tafsir as-Sa’di karangan Syaikh Abdurrahman bin Nashir as-Sa’di, pada kalimat وَلَا تَقْتُلُوا أَنْفُسَكُمْ maksudnya janganlah sebagian kalian membunuh sebagian yang lain, dan janganlah seseorang membunuh dirinya, dan termasuk dalam hal itu adalah menjerumuskan diri ke dalam kehancuran dan melakukan perbuatan-perbuatan berbahaya yang mengakibatkan kematian dan kebinasaan baik satu orang maupun golongan. Dalam kalimat إِنَّ اللَّهَ كَانَ بِكُمْ رَحِيمًا menunjukkan kasih sayang Allah Swt, dan diantara rahmat-Nya adalah dimana Allah Swt memelihara diri, dan harta kalian, serta melarang kalian dari menyia-nyiakan dan membinasakannya, dan Allah Swt menjadikan adanya hukuman atas hal tersebut berupa had-had. Hal ini merujuk pada penggunaan bahan yang beracun, karena dapat membahayakan diri sendiri maupun orang lain yang menggunakannya.

Allah Swt telah memberikan rahmat-Nya kepada hamba-Nya, salah satunya adalah kesehatan. Oleh sebab itu, sebagai bentuk rasa syukur terhadap rahmat Allah Swt, wajib bagi kita untuk menjaga diri termasuk kesehatan dari hal-hal yang membahayakan keselamatan jiwa. Perilaku tersebut adalah salah satu implementasi dari *maqasid syari’ah* yaitu *hifdz al-nafs* (menjaga jiwa). *Hifdz al-nafs* merupakan salah satu dari lima unsur *maqasid syari’ah*, diantaranya *hifdz ad-din* (menjaga agama), *hifdz al-mal* (menjaga harta), *hifdz al-aql* (menjaga akal), dan *hifdz al-nasl* (menjaga keturunan). Berdasarkan terminologi, *hifdz al-nafs* adalah mencegah terjadinya hal-hal yang tidak diinginkan, sesuatu yang buruk, dan memastikan agar tetap hidup. Oleh sebab itu, bahan berbasis gadolinium(III) bebas harus dibuat aman dan tidak beracun agar tidak membahayakan penggunaannya, misalnya dikhelat dengan ligan yang mampu menurunkan sifat racunya sehingga ligan tersebut mampu membungkus ion Gd^{3+} yang bebas dan mencegah interaksi biologis yang berbahaya (Spradlin, 2017), sehingga bisa difungsikan baik dalam dunia medis, industri, maupun elektronik.

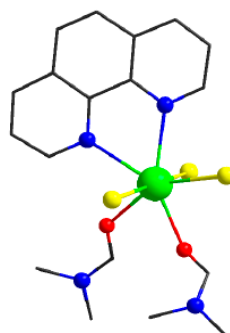
Senyawa Kompleks berbasis gadolinium(III) telah berhasil disintesis dari gadolinium(III) nitrat dengan asam α -furankarboksilat (FA) dan 2,2'-dipiridil (Dipy). Berdasarkan hasil analisis XRD terbentuk senyawa kompleks dimer $[Gd(FA)_2(NO_3)(Dipy)]_2$ yang berbentuk triklinik. Dua atom gadolinium dihubungkan oleh empat gugus karboksilat dari molekul asam furankarboksilat. Setiap atom gadolinium dikoordinasikan dengan tujuh atom oksigen (lima milik gugus karboksil FA dan dua milik gugus bidentat nitrat) dan dua atom nitrogen (dari Dipy) (Xia, dkk., 2005). Dalam studi XRD beberapa penelitian senyawa kompleks berbasis gadolinium(III) memiliki puncak utama dengan intensitas tinggi yang berpusat pada $2\theta = 11,75^\circ$ (Manigandan, dkk., 2013 dan Venkatasubbu, 2013). Pada basis gadolinium(III) nitrat puncak terletak pada 2θ ($^\circ$) = 11,75; 14,48; 16,4; 20,38; 22,94; 23,60; 27,50; 30,7; 34,56; dan 41,73 $^\circ$

(ICSD no. 00-030-0553). Hal ini dapat dilihat pada Gambar 2.1 menunjukkan pola XRD dari gadolinium(III) nitrat heksahidrat ($\text{GdH}_{12}\text{N}_3\text{O}_{15}$).



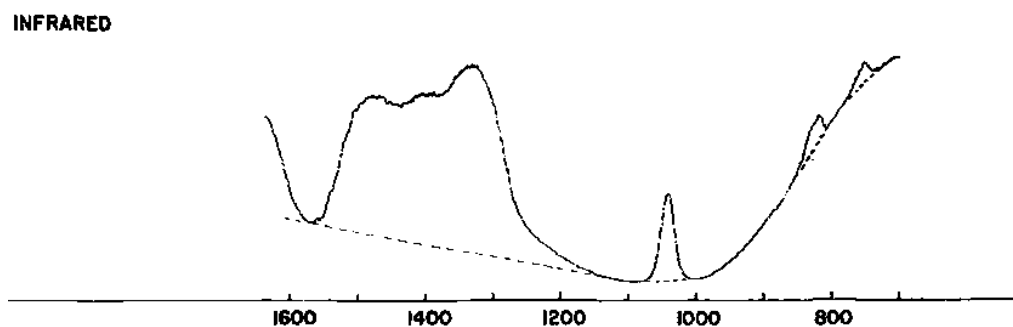
Gambar 2.1 Pola XRD dari $\text{GdH}_{12}\text{N}_3\text{O}_{15}$ (ICSD no. 00-030-0553)

Penelitian lain berhasil dilakukan oleh Demakov, dkk., (2021) dari logam gadolinium(III) nitrat dengan ligan 1,10-phenanthroline (phen) dan *trans*-1,4-sikloheksanadikarboksilat (chdc^{2-}) menghasilkan senyawa kompleks $[\text{Gd}_2(\text{NO}_3)_2(\text{phen})_2(\text{chdc})_2]$ yang mengkristal dalam sistem kristal monoklinik. Hasil karakterisasi menggunakan FTIR menunjukkan vibrasi O-H pada puncak 3420 cm^{-1} , C=H *stretch* pada puncak 3078 dan 3062 cm^{-1} , C-H *stretch* pada puncak 2936 dan 2858 cm^{-1} , C-O amina *stretch* pada puncak 1681 cm^{-1} , O-C-O *stretch* pada puncak 1426 cm^{-1} , N-O *bend* pada puncak 1292 cm^{-1} , dan Gd-O-H *stretch* pada puncak 718 cm^{-1} . Struktur senyawa kompleks dari gadolinium(III) dengan ligan 1,10-phenanthroline dapat dilihat pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Kompleks molekul $[\text{Gd}(\text{DMF})_2(\text{phen})]\text{Cl}_3$. Atom Gd berwarna hijau, atom N berwarna biru, atom O berwarna merah, atom Cl berwarna kunberwarna merah, atom Cl berwarna kuning. Atom H tidak ditampilkan (Demakov, dkk., 2021)

Studi FTIR yang dikemukakan oleh Nelson dan Irish (1970) spektrum pada gadolinium(III) nitrat dapat dibagi menjadi tiga wilayah puncak yang khas, yaitu daerah puncak 650-800 cm^{-1} , 800-1200 cm^{-1} , dan 1200-1600 cm^{-1} . Hal tersebut dapat dilihat pada Gambar 2.2.



Gambar 2. 3 Spektrum inframerah dari gadolinium(III) nitrat (Nelson dan Irish (1970))

Wilayah puncak 650-800 cm^{-1} pada spektrum mengandung kontur intensitas dengan dua maksimum yang menonjol. Analisis secara komputasi menunjukkan empat garis pada 694, 718, 730, dan 750 cm^{-1} . Puncak pada 694 cm^{-1} dianggap berasal dari interaksi air-nitrat. Hanya satu garis pada 750 cm^{-1} yang dapat diamati dalam spektrum inframerah karena interferensi dari air. Intensitas spektra relatif meningkat pada 750 dan 718 cm^{-1} seiring dengan meningkatnya suhu. Peningkatan intensitas garis karakteristik nitrat terikat pada puncak 750 cm^{-1} , dan dapat diamati peningkatan intensitas garis ion nitrat terlarut terdapat pada puncak 718 cm^{-1} .

Wilayah 800-1200 cm^{-1} terdapat dua garis teramati pada spektrum inframerah yaitu pada puncak 818 dan 830 cm^{-1} . Puncak 830 cm^{-1} muncul dari ion nitrat terlarut dan puncak 818 dan 815 cm^{-1} merupakan ciri spesies terikat. Puncak spektrum pada 1044 cm^{-1} meningkat relatif terhadap puncak 1049- cm^{-1} seiring dengan meningkatnya konsentrasi senyawa. Frekuensi inframerah tunggal pada 1044 cm^{-1} disebabkan oleh ikatan nitrat. Penetapan pada spektrum inframerah menjadikan rasio intensitas 1044/1830 cm^{-1} sebagai ukuran tingkat pembentukan kompleks.

Puncak spektrum yang luas dan intens dengan tiga intensitas maksimum terjadi pada wilayah 1200-1600 cm^{-1} . Kontribusi intensitas yang besar pada wilayah 1400 cm^{-1} disebabkan oleh nitrat terlarut. Ketika konsentrasi ion nitrat menurun dan ion Gd(III) meningkat, menghasilkan intensitas yang sangat rendah di wilayah 1400 cm^{-1} yang menunjukkan bahwa sebagian besar nitrat terikat. Dengan analisis komputasi $\text{Gd}(\text{NO}_3)_3$, akan menghasilkan pelebaran puncak pada 1299,39; 1318, 37; 1342, 62; 1416, 80; 1475, 58; 1506,41 cm^{-1} .

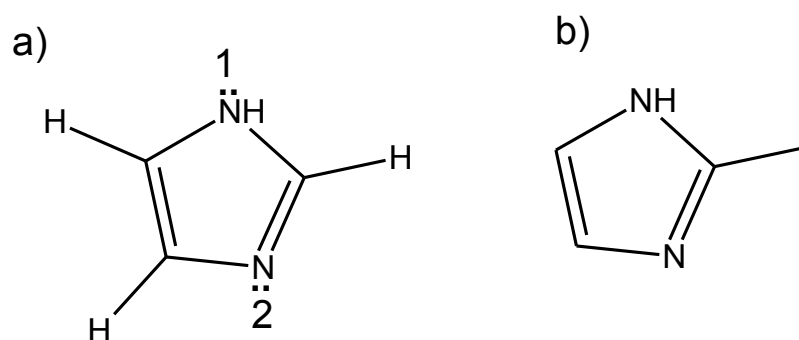
Berdasarkan teori tersebut, senyawa kompleks berbasis gadolinium(III) akan terlihat pelebaran puncak pada 718 cm^{-1} , puncak 818 dan 815 cm^{-1} yang merupakan ciri spesies terikat dari logam-ligan, dan 1044/1830 cm^{-1} sebagai ukuran tingkat pembentukan senyawa

kompleks. Gadolinium sebagai logam tanah jarang akan menjadi peran penting dalam pemanfaatan LJT yang multifungsi, selain banyak digunakan dalam pencitraan MRI, gadolinium juga bisa dimanfaatkan dalam fotodegradasi zat warna, MOF, dan lain sebagainya. Hal ini karena paramagnetisme yang tinggi dan bentuk simetrinya yang unik.

2.2 Karakteristik Ligan 2-Metil Imidazol

Ligan adalah suatu ion atau molekul yang memiliki sepasang elektron atau lebih yang dapat disumbangkan. Ligan merupakan basa lewis yang dapat terkoordinasi pada ion logam atau sebagai asam lewis membentuk senyawa kompleks (Harahap, 2017). Jika suatu logam transisi berikatan secara kovalen koordinasi dengan satu atau lebih ligan maka akan membentuk suatu senyawa kompleks, dimana logam transisi tersebut berfungsi sebagai atom pusat. Logam transisi memiliki orbital *d* yang belum terisi penuh yang bersifat asam lewis yang dapat menerima pasangan elektron bebas yang bersifat basa lewis. Ligan yang mengandung donor N dan O sering digunakan pada sintesis senyawa kompleks polimer sebagai penyimpan hidrogen, MOF, dan senyawa obat seperti ligan imidazol (Nguyen, dkk. 2012).

Senyawa Imidazol (1,3-diaza-2,4-siklopentadiena) merupakan senyawa organik yang memiliki sistem cincin lima planar dengan tiga atom karbon, dua atom nitrogen pada posisi 1 dan 3. Nitrogen pada posisi 1 adalah nitrogen jenis "pirol" dan nitrogen pada posisi 3 adalah nitrogen jenis "piridin" yang ditunjukkan pada Gambar 2.5a (Abuskhuna, dkk., 2004).



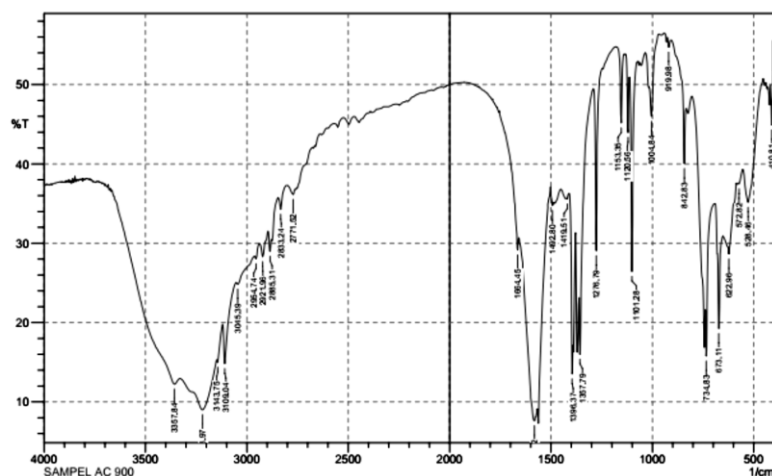
Gambar 2.4 Struktur a). imidazol (Wahyuningrum, 2008) dan b). 2-metil imidazol (Kang, dkk., 2009)

Cincin imidazole yang tak jenuh sempurna pada Gambar 2.5a menjadikan turunan imidazole termasuk kedalam kelompok zat terapeutik. Pola substitusi spesifik yang dihasilkan oleh kelompok imidazol menunjukkan bahwa bagian tersebut memainkan peran farmakoforik yang penting (Lednicer, 2014). Aplikasi senyawa imidazol ini dapat diterapkan pada berbagai bidang seperti aplikasi antimikroba (Erer, dkk., 2009), inhibitor korosi (Hong, 2001), obat anti kanker (Baviskar, 2011), dan pelembut kain (Gilchrist, 1997). Pada aplikasi obat berasal dari penggabungan inti imidazol secara sintetik. Sifat terapeutik yang tinggi dari imidazol mendorong para ahli kimia obat untuk mensintesis berbagai macam obat. Banyak obat

imidazol yang telah diperluas ruang lingkupnya pada berbagai macam disposisi klinis obat-obatan (Shalini, 2010). Bahan awal yang digunakan dalam sintesis turunan imidazole yaitu berasal dari 2-metil imidazol yang ditunjukkan pada Gambar 2.5b. Pada zat tersebut terdapat dua tautomer penyeimbang yang bebas, kesimetrisan molekul tersebut menghasilkan ekuivalensi yang tepat pada molekul ini (Lednicer, 2014).

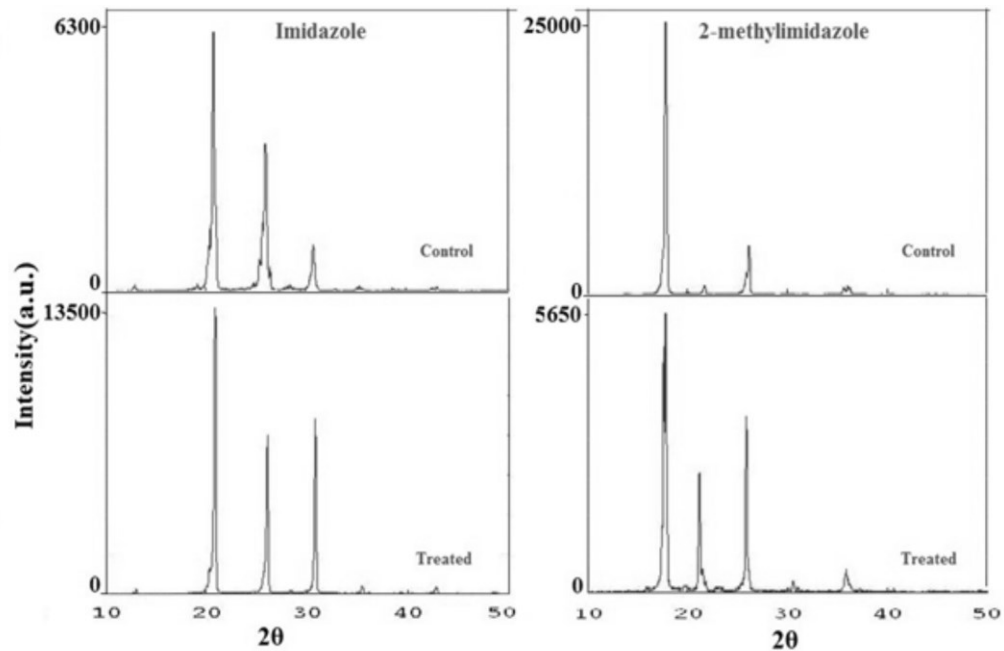
Ligan 2-Metil Imidazol merupakan senyawa turunan imidazol yang digunakan sebagai bahan baku pada zat antara kimia, seperti komponen dalam pembuatan obat-obatan, bahan kimia fotografi dan fototermografi, pewarna dan pigmen, bahan kimia pertanian, dan karet (IARC, 2013), selain itu 2-metil imidazol juga banyak digunakan sebagai akselerator ikatan silang polimerisasi, pengeras untuk sistem resin epoksi, senyawa pot semikonduktor, masker penyolderan, dan kompleks polimer (NTP, 2004), serta material baru berbentuk MOF (Harahap, 2017). Pada penelitian sebelumnya, senyawa 2-metil imidazol ini dipilih sebagai ligan dalam suatu sintesis karena memiliki struktur yang dapat membentuk kompleks. Senyawa kompleks sangat menguntungkan dalam bidang sintesis karena akan menghasilkan senyawa yang lebih stabil (Harahap, 2017).

Senyawa kompleks berbasis 2-metil imidazol berhasil dilakukan oleh Pujiono (2015) yang disintesis dengan logam Mn(II) membentuk senyawa polimer. Karakterisasi menggunakan FTIR yang ditunjukkan pada Gambar 2.2 menunjukkan puncak melebar pada bilangan gelombang $3218,97\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya gugus OH yang terikat pada logam Mn yang menunjukkan adanya air yang terkoordinasi sebagai ligan. Puncak pada daerah $1581,82\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya vibrasi gugus C=N pada 2-metil imidazole yang terkoordinasi dengan Mn(II) dan puncak pada daerah $1396,37\text{ cm}^{-1}$ merupakan adanya ikatan C=C aromatik. Puncak pada daerah $1101,28\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi ulur C-N. Puncak pada daerah $734,83\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi Tekuk C-H. Puncak khas terdapat pada daerah $528,45\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya ikatan Mn-N akibat terjadinya reaksi antara ligan 2-metil imidazol dengan logam Mn.



Gambar 2. 5 Hasil IR kompleks Mn-2-metilimidazol (Pujiono, 2015).

Karakterisasi 2-metil imidazole menggunakan XRD telah dilakukan oleh Trivedi, dkk., (2015) pada sampel imidazol sebagai kontrol dan 2-metil imidazole. Hal ini dapat dilihat pada Gambar 2.5



Gambar 2.6 Difraktogram kontrol dan sampel perlakuan imidazol dan 2-metil imidazol (Trivedi, dkk., 2015).

Difraktogram yang ditunjukkan pada Gambar 2.5 menunjukkan bersifat kristalin sehingga mereka menunjukkan puncak tajam dan intens (6000-30000 a.u.) di masing-masing difraktogram sinar-X. Difraktogram sinar-X imidazol kontrol menunjukkan puncak pada $2\theta = 12,89; 19,14; 20,31; 20,74; 25,66; 25,91; \text{ dan } 30,73^\circ$ sedangkan difraktogram sinar-X imidazol yang diberi perlakuan menunjukkan puncak pada 2θ sama dengan $13,01; 20,31; 20,93; 26,08; 30,74; \text{ dan } 30,87^\circ$. Pada sampel kontrol 2-metil imidazol, difraktogram sinar-X menunjukkan puncak pada 2θ sama dengan $17,49; 17,76; 21,77; 25,87; \text{ dan } 26,17^\circ$ sedangkan perlakuan 2-metil imidazol menunjukkan puncak pada 2θ sama dengan $17,34; 17,59; 17,80; 21,19; 25,88; \text{ dan } 26,16^\circ$. Studi XRD menunjukkan bahwa struktur kristal imidazole adalah struktur monoklinik dan ortorombik ditemukan untuk 2-metil imidazol, yang didukung dengan baik oleh data literatur yang dilaporkan (Trivedi, dkk., 2015).

Penelitian terdahulu mengenai 2-metil imidazol sebagai senyawa kompleks yang multi-aplikatif dengan logam pusat Co(II), Cu(II), Mn(II), dan Zn(II) dapat dilihat pada Tabel 2.2. Tabel tersebut menunjukkan adanya perbedaan rasio mol, suhu, waktu, dan metode yang digunakan, sehingga waktu dan suhu akan mempengaruhi hasil sintesis.

Tabel 2. 2 Senyawa kompleks berbasis 2-metil imidazole

No	Kompleks dan Sumber Pustaka	Bahan
1.	Mn(II)-2-metil imidazol (Hamdan, 2021)	Bahan = MnCl ₂ .4H ₂ O), 2-metil imidazol Rasio mol Mn ²⁺ : 2-Melm = 1:1 Pelarut = DMF Suhu = 140 dan 150°C Waktu = 24 jam Metode = Solvotermal
2.	[(Co) ₂ (2-metil imidazol)(H ₂ O) ₁₀].Cl ₄ (Harahap, 2017)	Bahan = CoCl ₂ .6H ₂ O , 2-metil imidazol Rasio mol Co ²⁺ : 2-Melm = 1:1 Pelarut = DMF Suhu = 120°C Waktu = 24 jam Metode = Solvotermal
3	Mn(II)-2-metilimidazol (Pujiono, 2015)	Bahan = MnCl ₂ .4H ₂ O, 2-metil imidazol Rasio mol Mn ²⁺ : 2-Melm = 1:1 Pelarut = DMF Suhu = 140°C Waktu = 24 jam Metode = Solvotermal
4.	Cu(HOr)(H ₂ O) ₂ (2-Melm) (Erer, dkk., 2009)	Bahan = Cu(CH ₃ COO) ₂ .2H ₂ O, 2-metil imidazol Rasio mol Cu ²⁺ : 2-Melm = 1:4 Pelarut = Aquades Suhu = 60°C Waktu = 6 jam Metode = Larutan
5.	Zn(HOr)(H ₂ O) ₂ (2-Meim) (Erer, dkk., 2009)	Bahan = Zn(CH ₃ COO) ₂ .2H ₂ O, 2-metil imidazol Rasio mol Zn ²⁺ : 2-Melm = 1:4 Pelarut = Aquades Suhu = 60°C Waktu = 6 jam Metode = Larutan

2.3 Sintesis Senyawa Kompleks dengan Metode Solvotermal

Metode solvotermal pertama kali ditemukan ilmuwan asal Jerman yaitu Robert Wilhem Bunsen pada tahun 1839 di Universitas Marburg ketika melakukan sintesis barium karbonat dan stronsium karbonat dengan kondisi suhu 200°C dan tekanan di atas 100 bar. Metode solvotermal merupakan teknik sintesis material anorganik dengan pemanasan pelarut organik. Metode ini melibatkan penggunaan pelarut di bawah tekanan sedang hingga tinggi (biasanya antara 1-10.000 atm) dan suhu (biasanya antara 100-1000°C) yang memfasilitasi interaksi prekursor selama sintesis. Prinsip dasar metode itu adalah pertumbuhan kristal berdasarkan kelarutan bahan dalam pelarut di bawah kondisi tekanan yang tinggi. Proses pelarutan dan pertumbuhan kristalnya dilakukan dalam bejana tertentu yang disebut autoklaf, yaitu berupa suatu wadah terbuat dari baja yang tahan pada suhu dan tekanan tinggi. Pertumbuhan kristal terjadi karena adanya gradien suhu yang diatur sedemikian rupa sehingga pada bagian yang lebih panas akan terjadi reaksi larutan, sedangkan pada bagian yang lebih dingin terjadi proses supersaturasi dan pengendapan kristal (Agustinus, 2009). Hasil dari proses tersebut yaitu berupa material dalam skala mikro dan nano dengan morfologi yang berbeda (Ningsih, 2016).

Senyawa gadolinium(III) sudah banyak disintesis dengan menggunakan metode presipitasi homogen (Werner, dkk., 2008) dan reaksi kristalisasi (Law dan Wong, 2015), tetapi hal tersebut kurang efektif karena proses sintesis yang lama dan pada *coating* gadolinium dilakukan setelah partikel disintesis sehingga kurang efektif dan efisien. Salah satu cara yang dapat dilakukan yaitu dengan metode solvotermal. Metode solvotermal adalah metode umum yang digunakan dalam sintesis partikel untuk kebutuhan biomedis karena menggunakan prekursor organometalik dan surfaktan polimer (Nasution, 2019). Hal ini juga sesuai dengan dengan ligan yang digunakan karena dalam sintesis solvotermal, pelarut organik tidak hanya menyediakan media reaksi, namun juga dapat melarutkan reaktan membentuk kompleks pelarut-reaktan, yang akan mempengaruhi kecepatan reaksi kimia. Pelarut organik juga dapat mempengaruhi konsentrasi dan keadaan spesi aktif reaktan, yang akhirnya dapat mengubah proses reaksi. Oleh karena itu, metode solvotermal dinilai memiliki nilai ekonomis yang lebih besar (Sulistiyo, dkk., 2015), mudah, cepat, kemurnian tinggi, distribusi ukuran kristal teratur, dan ukuran partikel yang seragam (Somiya, dkk., 2000).

Suhu yang dilakukan pada sintesis senyawa kompleks secara solvotermal biasanya diatas 100°C (Pujiono, 2015). Pada penelitian yang dilakukan oleh Lai (2016) Zn(II)-2-metil imidazol yang disintesis pada suhu 120°C menghasilkan kompleks berpori yang memiliki proporsi mesopori lebih sedikit dibandingkan dengan kompleks Zn(II)-2-metil imidazol yang disintesis pada suhu 140°C. Semakin meningkatnya suhu menunjukkan bahwa proporsi mesopori menjadi lebih besar. Hal ini juga menunjukkan bahwa suhu sangat berpengaruh terhadap karakteristik kemurnian senyawa kompleks yang dihasilkan (Pujiono, 2015). Selain itu, karakteristik material senyawa kompleks yang dihasilkan dipengaruhi waktu sintesis.

Penelitian Venna, dkk., (2010) yang melaporkan evolusi struktur senyawa kompleks dari ion logam Zn(II)-2-metil imidazol seiring bertambahnya waktu. Waktu sintesis yang ideal untuk ligan berbasis imidazol adalah 24 jam, hal ini dikarenakan imidazol akan mampu terdistribusi secara maksimal dan menghasilkan fasa kemurnian yang tinggi (Hamdan, (2021); Harahap, (2017); Pujiono, (2015)).

Beberapa penelitian gadolinium(III) dengan metode solvotermal telah dilakukan, yang bertujuan untuk menghasilkan gadolinium(III) yang biokompatibel. Selain itu, dispersibilitas partikel magnetik dalam air, kristalinitas, bentuk dan ukuran homogen, difungsionalisasi, dan toksisitas yang perlu diperhatikan untuk melihat hasil sintesis yang multifungsi. Wang, dkk., (2020) berhasil mensintesis gadolinium(III) dengan ligan 1,3-bis (karboksimetil) imidazolium dengan metode solvotermal pada suhu 180°C selama 72 jam. Zhao, dkk., (2006) berhasil mensintesis senyawa kompleks $[Gd(en)_3(OH)]_2Sn_2S_6$ dengan metode solvotermal pada suhu 160°C selama 7 hari. Dan Akshatha, dkk., (2020) berhasil mensintesis senyawa Kristal nano Gd-MnZrO₃ dengan metode solvotermal pada suhu 180°C dengan waktu sintesis 24, 48, dan 72 jam. Berdasarkan beberapa penelitian sintesis tersebut suhu dan waktu sintesis solvotermal akan mempengaruhi hasil sintesis.

Sintesis berbasis gadolinium(III) dengan 2-metil imidazol pernah dilakukan oleh Xu, dkk., (2020) sebagai agen terapi pencitraan mode ganda pada *fluorescence imaging* (FOI) dan MRI, serta efek gabungan terapi kemo-fototermal antikanker menggunakan metode solvotermal pada suhu 140°C selama 24 jam. Pada penelitian tersebut, logam gadolinium(III) (Gd³⁺) dan tulium(III) (Tm³⁺) didoping dengan *prusian blue* (PB), kemudian dilapisi logam organik berbentuk *zeolite imidazol framework* (ZIF-8) yang berasal dari hasil sintesis logam Zn(II) dengan 2-metil imidazole sebagai ligan dalam menurunkan sitotoksitas dan menghasilkan senyawa kompleks berbentuk *frameworks* Gd/TM-PB-ZIF-8. Pola XRD dapat membuktikan keberhasilan sintesis. Pola bubuk XRD dari Gd/Tm-PB yang disintesis dan Gd/Tm-PB-ZIF-8, memiliki puncak difraksi karakteristik yang mirip. Hal ini menunjukkan bahwa mereka memiliki struktur kristal yang kurang lebih sama. Puncak difraksi baru muncul pada $2\theta = 7,35^\circ$ setelah pelapisan ZIF-8, yang membuktikan keberadaan cangkang ZIF-8. Sehingga dapat disimpulkan bahwa sintesis Gd/TM doping PB yang dilapisi ZIF-8 berhasil dilakukan.

Berdasarkan beberapa penelitian di atas, sintesis gadolinium(III) dengan 2-metil imidazol menggunakan metode solvotermal berpotensi untuk menghasilkan agen senyawa kompleks baru yang dapat difungsionalkan. Senyawa kompleks gadolinium(III) dengan 2-metil imidazole menggunakan metode solvotermal dipengaruhi oleh suhu dan waktu sintesis. Suhu optimum yang baik digunakan pada ligan berbasis 2-metil imidazol yaitu pada suhu rentan 140°C dalam waktu 24 jam. Sedangkan suhu dan waktu yang optimum pada sintesis berbasis logam gadolinium(III) yaitu pada rentan 140-180°C dengan rentan waktu 24-72 jam.

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Pelaksanaan Penelitian

Penelitian ini akan dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi menggunakan *powder* XRD dilakukan di Greenlab Bandung dan FTIR dilakukan di laboratorium kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Adapun alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah neraca analitik, *magnetic stirrer*, seperangkat alat gelas, autoklaf, *oven*, seperangkat instrument XRD tipe Rigaku-II Japan dan spektroskopi FTIR merek Shimadzu IR 8400S.

3.2.2 Bahan

Adapun bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah gadolinium(III) nitrat heksahidrat ($Gd(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$), 2-metil imidazol, *N,N*-dimetilformamida (DMF), dan metanol.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian yang akan dilakukan adalah sintesis senyawa kompleks gadolinium(III) dengan ligan 2-metil imidazol menggunakan metode solvotermal dengan prekursor $Gd(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$, 2-metil imidazol, dan DMF menggunakan suhu pemanasan $140^\circ C$ dengan variasi waktu 24, 48, dan 72 jam. Selanjutnya hasil sintesis akan diidentifikasi untuk mengetahui struktur senyawa kompleks menggunakan XRD dan gugus fungsi yang terdapat pada senyawa kompleks menggunakan spektroskopi FTIR.

3.4 Tahapan Penelitian

Adapun tahapan yang dilakukan pada penelitian ini antara lain:

- a. Sintesis senyawa kompleks Gadolinium(III) dengan ligan 2-metil imidazol menggunakan metode solvotermal pada suhu $140^\circ C$ dengan variasi waktu 24, 48, dan 72 jam.
- b. Uji karakteristik struktur senyawa kompleks menggunakan XRD.
- c. Uji karakterisasi untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada senyawa kompleks menggunakan spektroskopi FTIR.

3.5 Prosedur Kerja

3.5.1 Sintesis Senyawa Kompleks Gd(III)-2-Metil Imidazol dengan Metode Solvotermal

Proses sintesis diawali dengan melarutkan padatan Gd(III) yang berasal dari $Gd(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ (0,4514 gram, 1 mmol) dengan pelarut DMF sebanyak 15 mL menggunakan erlenmeyer 100 mL. Selanjutnya ligan yang berasal dari 2-metil imidazol (0,162 gram, 2 mmol) dilarutkan dalam 15 ml DMF menggunakan erlenmeyer 100 mL. Kedua larutan tersebut dicampurkan dan diaduk dengan magnetik stirer selama 60 menit pada suhu ruang, kemudian direaksikan secara solvotermal pada suhu $140^\circ C$ dengan variasi waktu pemanasan 24, 48, dan 72 jam. Campuran hasil sintesis didiamkan selama 48 jam. Selanjutnya endapan dan filtrat disaring dan dipisahkan. Endapan yang dihasilkan dicuci dengan DMF sebanyak 10 ml, selanjutnya dicuci dengan metanol sebanyak 10 ml. Endapan yang telah dicuci dengan metanol kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu $65^\circ C$ selama 60 menit. Hasil sintesis selanjutnya dikarakterisasi menggunakan instrument XRD dan FTIR.

3.5.2 Karakterisasi dan Analisis Data Menggunakan Difraksi Sinar-X (XRD)

Karakterisasi menggunakan XRD bertujuan untuk mengidentifikasi fasa, struktur, derajat kristanilitas sampel, dan menganalisa hasil produk sintesis. Data yang diperoleh dari metode karakterisasi XRD adalah sudut hamburan (sudut Bragg) dan intensitas. Berdasarkan teori difraksi, sudut difraksi bergantung kepada lebar celah kisi sehingga mempengaruhi pola difraksi, sedangkan intensitas cahaya difraksi bergantung dari berapa banyak kisi kristal yang memiliki orientasi yang sama (Tipler, 1991). Difraksi sinar-X ini hanya akan terjadi pada sudut kristal tertentu dengan pola difraksi yang tertentu juga. Pengukuran secara kuantitatif relatif dapat dilakukan dengan membandingkan jumlah tinggi puncak pada sudut-sudut tertentu dengan jumlah tinggi puncak pada sampel standar (Cullity, 2001).

Pengukuran dilakukan pada suhu kamar menggunakan XRD dengan radiasi Cu $K\alpha$ pada 40 kV dan 300 mA. Rentang yang digunakan adalah $2\theta = 5-65^\circ$ dengan langkah $2\theta = 0,05^\circ$ dan 1 detik/langkah. Data yang diperoleh dari karakterisasi menggunakan XRD adalah difraktogram yang mana akan dibandingkan dengan data standar *inorganic crystal structure database* (ICSD). Pengolahan data yang diperoleh akan direfinement dengan program Rietica dan metode *Le Bail* yang terdapat pada database ICSD yang bertujuan untuk mengidentifikasi data kristalografi. Selain itu dari data difraksi sinar-X juga dapat menunjukkan kristalinitas dan kemurnian senyawa hasil sintesis.

3.5.3 Karakterisasi dan Analisis Data Menggunakan Fourier Transform Infra Red (FTIR)

Analisis spektroskopi inframerah dilakukan menggunakan alat spektrofotometer inframerah merek Shimadzu IR 8400S. Langkah awal yang dilakukan adalah pembuatan *pellet* sampel kompleks ditambah dengan senyawa KBr. Kedua senyawa tersebut kemudian digerus secara bersamaan pada cawan *agate* hingga tercampur sempurna. Setelah itu, dimasukkan

serbuk campuran dalam *press holder*, ditekan perlahan sampai 800 bar hingga terbentuk *pellet*. Selanjutnya *pellet* tersebut diukur spektranya dengan instrument pada bilangan gelombang 400-4000 cm^{-1} .

Data yang diperoleh dari karakterisasi menggunakan FTIR berupa transmittan (%) dan bilangan gelombang (cm^{-1}). Pengolahan data analisis dilakukan dengan membuat grafik hubungan antara transmittan (%) sebagai sumbu y dan bilangan gelombang sebagai sumbu x, sehingga dapat diamati modus vibrasi gugus fungsi yang muncul pada senyawa kompleks.

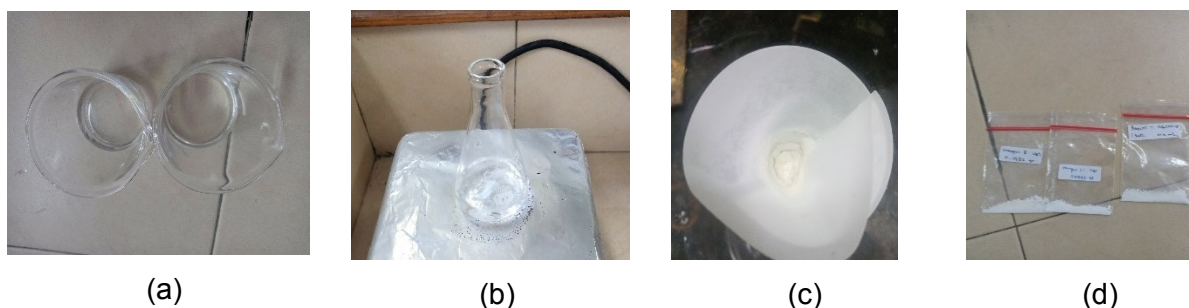
Vibrasi dasar pada suatu senyawa ada dua macam, yaitu vibrasi ulur dan vibrasi tekuk. Vibrasi ulur adalah vibrasi yang terjadi pada suatu bidang sepanjang sumbu ikatan, sehingga tampak terjadi perubahan sinambung jarak dua atom dalam satu molekul. Vibrasi ulur ada dua macam, yaitu vibrasi ulur simetris dan vibrasi ulur tidak simetris. Vibrasi tekuk adalah vibrasi yang terjadi karena adanya perubahan sudut ikatan secara berkala dan seimbang sehingga menyebabkan pembesaran atau pengecilan sudut ikatan. Vibrasi tekuk mempunyai beberapa macam, yaitu vibrasi tekuk mengayun satu bidang, vibrasi tekuk menggantung satu bidang, vibrasi tekuk berputar keluar bidang, vibrasi tekuk berayun keluar bidang. Senyawa kompleks antara ion logam dengan ligan yang terbentuk akan mengubah frekuensi puncak serapan yang telah ada. Vibrasi yang ada pada senyawa kompleks terdiri dari berbagai jenis, yaitu vibrasi ligan, vibrasi coupling, dan vibrasi M-donor antar ligan.

BAB IV PEMBAHASAN

Penelitian ini dilakukan melalui proses sintesis senyawa kompleks dari ion logam gadolinium(III) dengan ligan 2-metil imidazol menggunakan metode solvotermal pada suhu 140°C dengan variasi waktu 24, 48, dan 72 jam. Hasil sintesis tersebut kemudian dikarakterisasi menggunakan instrument XRD untuk mengetahui struktur material dan spektroskopi FTIR untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada senyawa kompleks hasil sintesis.

4.1 Sintesis Senyawa Kompleks Gd(III)-2-Metil Imidazol dengan Metode Solvotermal

Senyawa kompleks disintesis dari mencampurkan *precursor* $Gd(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ (0,4514 gram dalam 15 mL DMF) dan 2-metil imidazol (0,1642 gram dalam 15 mL DMF), campuran tersebut kemudian *distirrer* selama 1 jam pada suhu ruang yang bertujuan untuk menghomogenkan sampel dan untuk memaksimalkan pencampuran (Xie, dkk., 2019). Hasil campuran larutan berwarna bening, mengindikasikan campuran sudah larut dan homogen. Campuran kemudian dimasukkan ke dalam *reactor autoclave* dan disintesis pada suhu 140°C selama 24, 48, dan 72 jam. Selanjutnya *reactor autoclave* didinginkan hingga mencapai suhu ruang selama 48 jam yang berfungsi untuk memaksimalkan pertumbuhan kristal pada senyawa kompleks (Kahardina, 2015). Hasil sintesis kemudian disaring dan dicuci dengan 10 mL DMF dan 10 mL metanol, yang berfungsi untuk menghilangkan logam dan ligan bebas sisa reaksi (Harahap, 2017). Selanjutnya dikeringkan pada suhu 65°C selama 60 menit, yang berfungsi untuk menghilangkan metanol tersisa setelah pencucian, sehingga diperoleh hasil sintesis yang murni (Nasution, 2015; dan Harahap, 2017).




Gambar 4.1 Proses sintesis Gd-2-metil imidazol (a) $Gd(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ dan 2-metil imidazol yang dilarutkan dalam DMF, (b) campuran larutan Gd(III) dan 2-metil imidazol, (c) hasil setelah proses sintesis pada suhu 140°C, (d) hasil setelah penyaringan dan pengeringan

Berdasarkan Gambar 4.1 diatas, $Gd(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ setelah dilarutkan dalam pelarut DMF menghasilkan warna bening dan 2-metil imidazol yang dilarutkan dalam DMF menghasilkan larutan berwarna bening. Proses selanjutnya dilakukan pencampuran dengan

stirrer pada suhu ruang menghasilkan warna yang masih sama yaitu bening. Proses selanjutnya dilakukan sintesis pada suhu 140°C dengan variasi waktu pemanasan 24, 48, dan 72 jam terjadi perubahan warna dari larutan berwarna bening menjadi larutan yang memiliki dua fasa, yaitu fasa larutan berwarna bening pada bagian atas dan fasa bawah berupa endapan berwarna putih. Fasa atas diasumsikan sebagai reaktan sisa reaksi dan fasa bawah diasumsikan sebagai produk hasil sintesis. Kedua fasa tersebut kemudian disaring dan diperoleh filtrat hasil sintesis. Filtrat yang diperoleh kemudian dicuci dengan DMF dan metanol, selanjutnya dilakukan pengeringan sehingga diperoleh produk hasil sintesis yang murni. Hasil sintesis senyawa kompleks gadolinium(III) dengan 2-metil imidazole dapat dilihat pada Tabel 4.1 berupa *powder* padatan berwarna putih. Menurut Xu, dkk., (2020) logam yang disintesis dengan ligan 2-metil imidazole akan menghasilkan padatan kristal seperti kubik. Hal ini dapat diasumsikan telah terjadi pembentukan senyawa kompleks secara fisik dari hasil sintesis reaktan. Hasil sintesis pada penelitian ini belum menunjukkan hal yang demikian, sehingga diperlukan uji karakteristik hasil sintesis lebih lanjut, untuk melihat senyawa kompleks yang terbentuk.

Tabel 4.1 Hasil sintesis senyawa kompleks Gd(III) dengan ligan 2-metil imidazol pada suhu 140°C dengan variasi waktu 24, 48, dan 72 jam

Variasi Sintesis	Hasil Sintesis	Warna	Bentuk
Produk 1 (24 Jam)		Putih	Bubuk
Produk 2 (48 Jam)		Putih	Bubuk
Produk 3 (72 Jam)		Putih Kekuningan	Bubuk

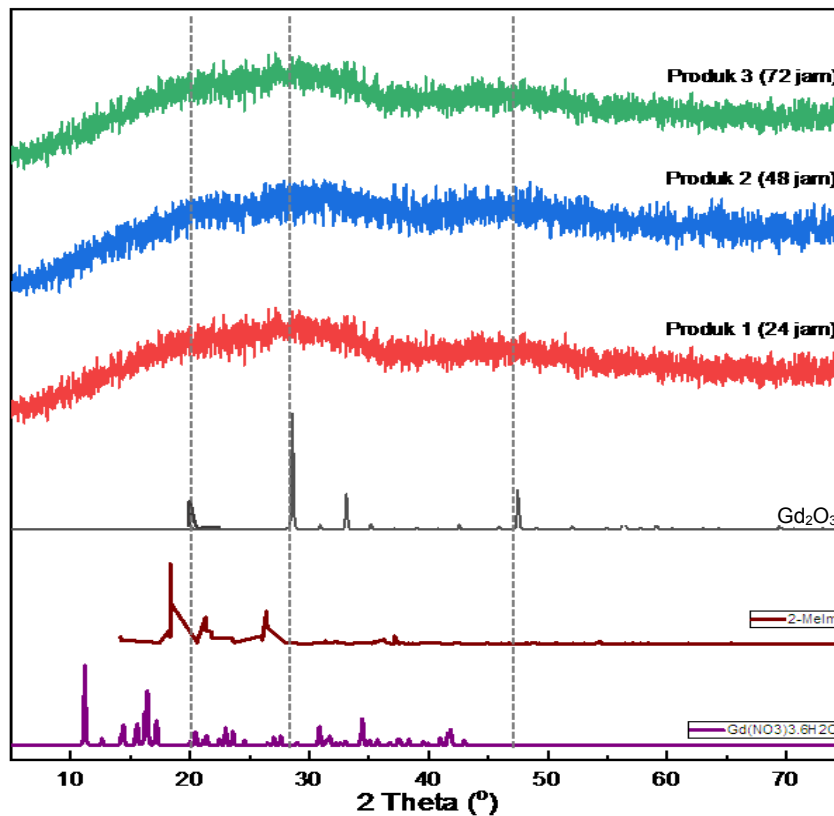
Berdasarkan Tabel 4.1 diperoleh produk yang hampir sama. Produk 1 diperoleh padatan bubuk berwarna putih. Produk 2 diperoleh padatan bubuk berwarna putih dan produk 3 diperoleh padatan bubuk berwarna putih kekuningan. Proses sintesis menggunakan suhu 140°C, hal ini dikarenakan beberapa penelitian yang berbasis 2-metil imidazol menggunakan suhu optimum pada range tersebut dan menghasilkan produk sintesis yang optimal. Laju pendinginan pada proses sintesis adalah 48 jam, hal ini dikarenakan pada penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Hamdan (2021) didinginkan pada *range* waktu kurang dari 24 jam menghasilkan produk amorf dan kurang optimal. Menurut Kahardina (2015) suhu optimum untuk memaksimalkan pertumbuhan kristal pada senyawa kompleks 48 jam. Proses sintesis pengadukan dilakukan selama 60 menit pada kecepatan 600 rpm. Hal ini dikarenakan pada penelitian sebelumnya sintesis yang berbasis 2-metil imidazol larut sempurna pada pelarut DMF sehingga tidak membutuhkan waktu pengadukan yang relatif lama. Berdasarkan penelitian berbasis gadolinium(III) pengadukan dilakukan pada rentan waktu 18 jam dengan kecepatan 800 rpm. Hal ini terjadi perbedaan yang memungkinkan kurang optimalnya hasil sintesis yang dilakukan. Selain itu, pada proses sintesis pengeringan setelah pencucian dilakukan pada waktu 60 menit pada suhu 65°C. Hal ini karena metanol merupakan senyawa yang volatil dan memiliki titik didih 64,7°C, sehingga pengeringan pada suhu dan waktu tersebut memungkinkan metanol sudah hilang. Berdasarkan penelitian sebelumnya pengeringan filtrat yang dicuci dengan metanol selama 24 jam pada suhu 65°C, hal ini bertujuan untuk memaksimalkan hasil sintesis yang murni.

4.2 Karakterisasi dan Analisis Data Menggunakan Difraksi Sinar-X (XRD)

Karakterisasi menggunakan difraksi sinar-X (XRD) dilakukan untuk menganalisis fasa produk yang terbentuk karena adanya perbedaan lama waktu sintesis. Sehingga dapat diperoleh hasil sintesis yang baik dan waktu yang optimum digunakan untuk mensintesis senyawa kompleks berbasis gadolinium(III) dengan ligan 2-metil imidazol. Fasa hasil sintesis yang terbentuk selanjutnya diidentifikasi dengan cara membandingkan pola difraksi *precursor* 2-metil imidazol (ICDD Grant-in-Aid, 1984) dan gadolinium(III) nitrat heksahidrat (Gd(NO₃)₃.6H₂O) (ICSD, no. 00-030-0553) dengan pola difraksi sinar-X yang disintesis pada waktu 24 (produk 1), 48 (produk 2), dan 72 jam (produk 3). Hasil sintesis tersebut dapat dilihat pada Gambar 4.2.

Berdasarkan Gambar 4.2 diperoleh bahwa pola difraksi yang dihasilkan pada produk 1, 2, dan 3 berbeda dengan dengan pola difraksi *precursor* 2-metil imidazol dan gadolinium(III) nitrat. 2-metil imidazol memiliki pola difraksi sinar-X pada puncak 2θ (°) = 17,49; 17,76; 21,77; 25,87; 26,17; 31,70; 32,30; dan 37,17°. Gadolinium(III) nitrat memiliki puncak 2θ (°) = 11,75; 14,48; 16,4; 20,38; 22,94; 23,60; 27,50; 30,7; 34,56; dan 41,73 °. Produk 1 yang disintesis pada waktu 24 jam memiliki karakteristik puncak pada posisi 2θ (°) = 20,01 dan 49,24°. Produk 2 yang disintesis pada waktu 48 jam memiliki puncak yang lebih banyak daripada produk 1,

puncak tersebut terdapat pada posisi 2θ ($^{\circ}$) = 20,9; 31,3; 38,85; 49,09; 65,02; dan 78,06 $^{\circ}$. Produk 3 memiliki puncak yang lebih sedikit daripada produk 2. Karakteristik produk 3 memiliki puncak pada posisi 2θ ($^{\circ}$) = 28,13 dan 44,6 $^{\circ}$. Perbedaan puncak tersebut mengindikasikan tidak adanya ikatan logam-ligan yang terbentuk antara gadolinium(III) dengan 2-metil imidazole. Berdasarkan hasil XRD pada produk 1, 2, dan 3 tersebut puncak posisi yang teridentifikasi menunjukkan adanya indikasi terbentuk senyawa baru yang bersesuaian dengan senyawa Gd_2O_3 . Hal ini dibuktikan dengan adanya kesesuaiannya puncak pada posisi 2θ = 20,142; 28,636; dan 49,199 $^{\circ}$.



Gambar 4.2 Puncak difraksi gadolinium(III) nitrat, 2-metil imidazole, dan Gd_2O_3 dengan produk hasil sintesis pada variasi waktu sintesis 24, 48, dan 72 jam

Berdasarkan hasil difraksi sinar-X tersebut dapat disimpulkan bahwa hasil sintesis Gd(III) dengan 2-metil imidazole menghasilkan struktur yang amorf dengan terindikasi banyaknya nois yang muncul dan tidak terdapat serapan puncak-puncak yang tajam. Hal ini memungkinkan adanya faktor suhu dan waktu pemanasan yang cukup lama sehingga karbon (C) yang terdapat pada ligan 2-metil imidazole habis, sehingga puncak difraksi yang terbentuk pada hasil sintesis menunjukkan kesesuaian dengan senyawa Gd_2O_3 yang dapat dibuktikan dengan adanya kesesuaiannya puncak pada posisi 2θ = 20,142; 28,636; dan 49,199 $^{\circ}$.

Hasil sintesis pada produk 1, 2, dan 3 yang menunjukkan struktur amorf tersebut menunjukkan pembentukan kristal yang masih sedikit sehingga hasil kurang maksimal. Adanya puncak difraksi yang berbeda pada produk 1, 2, dan 3 dapat diasumsikan sebagai *peak* inti produk baru dari senyawa Gd_2O_3 , sebagai tahap awal pembentukan kristal pada

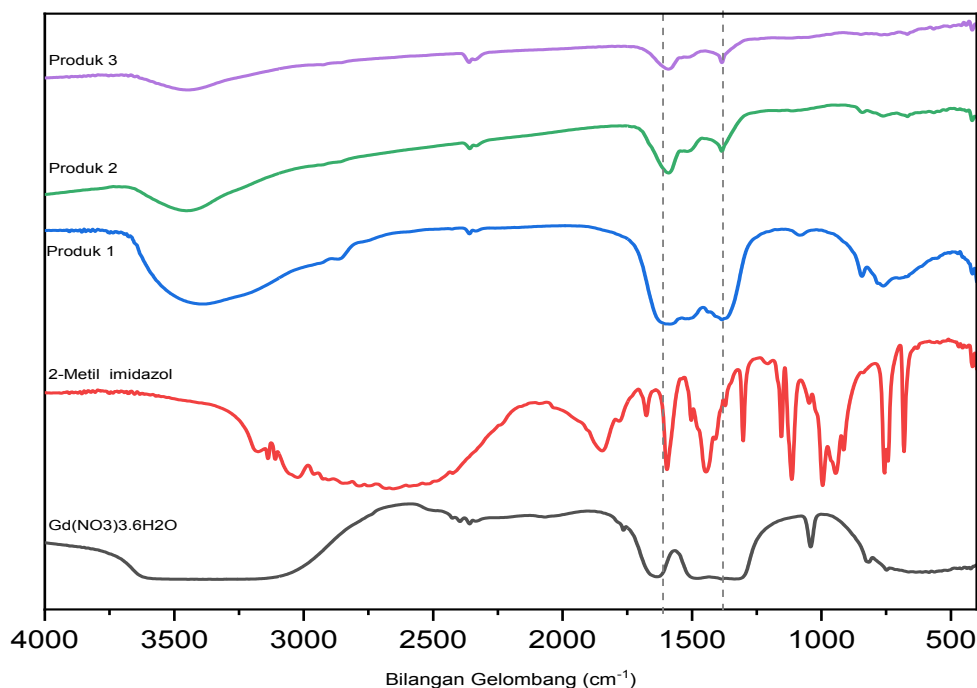
senyawa kompleks. Pada proses sintesis adanya proses pembentukan kristalisasi, yang terdiri dari dua fenomena yang berbeda yaitu pembentukan inti kristal (nukleasi) dan pertumbuhan kristal (Setyoprato, dkk., 2003). Nukleasi adalah terbentuknya inti kristal pada larutan. Dan pertumbuhan kristal adalah tahap penting kristalisasi yang sangat berperan dalam distribusi ukuran kristal. Adapun variabel yang mempengaruhi laju pembentukan kristal pada senyawa antara lain: suhu, kecepatan pendinginan, viskositas, dan kecepatan pengadukan/agitasi (Dewi, 2012; dan Nurjanah, dkk., 2017). Suhu berbanding lurus terhadap cepatnya laju pembentukan kristal. Semakin tinggi suhu maka semakin cepat waktu pembentukan kristal. Dalam sintesis suhu yang digunakan cukup tinggi yaitu pada suhu 140°C dengan waktu pemanasan yang relatif lama yaitu pada variasi waktu 24, 48, dan 72 jam sehingga memungkinkan terjadinya peleburan pada ligan 2-metil imidazole yang mengakibatkan pembentukan struktur yang amorf. Literature sebelumnya menunjukkan beberapa penelitian sintesis berbasis 2-metil imidazole menggunakan metode solvotermal pada suhu 140°C menghasilkan produk yang optimal, namun pada penelitian ini kurang optimal sehingga diperlukan suhu sintesis yang lebih rendah. Waktu pemanasan akan mempengaruhi hasil sintesis sehingga diperlukan penelitian lebih lanjut waktu yang lebih singkat. Dalam penelitian ini waktu optimal yang digunakan adalah 48 jam, hal ini ditunjukkan dengan banyaknya puncak baru yang teridentifikasi pada hasil sintesis dibandingkan dengan pemanasan pada waktu 24 dan 72 jam.

4.3 Karakteristik dan Analisis menggunakan Spektroskopi Inframerah (FTIR)

Karakterisasi menggunakan spektroskopi inframerah bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada senyawa kompleks hasil sintesis. Mula-mula dibuat pelet padatan kompleks hasil sintesis dan KBr dengan perbandingan 1:99. Pelet tersebut kemudian direkam pada bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1} sehingga diperoleh spektra IR. Proses ini penting dilakukan karena setiap senyawa akan menghasilkan spektra yang berbeda-beda dan memiliki ciri khas masing-masing dengan puncak struktural yang sesuai dengan gugus fungsi yang menyusun suatu senyawa tersebut. Gugus fungsi tersebut bisa mengalami pergeseran bilangan gelombang dikarenakan reaksi yang sudah terjadi antara logam dengan ligan yang direaksikan secara solvotermal. Adanya gugus yang hilang dan gugus baru yang muncul mengindikasikan ikatan logam-ligan (M-O atau M-N) pada produk hasil sintesis yang sudah terbentuk, serta mengindikasikan adanya gugus-gugus yang menyusun senyawa kompleks yang terbentuk. Perbandingan spektra IR antara senyawa kompleks hasil sintesis ligan 2-metil imidazol pada suhu 140°C dengan variasi waktu 24, 48, dan 72 jam ditunjukkan pada Gambar 4.3.

Berdasarkan Gambar 4.3 dapat dilihat bahwa senyawa kompleks hasil sintesis Gd-2-metil imidazol memiliki puncak karakteristik yang mirip dengan *precursor* $\text{Gd}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Hal ini dapat dilihat pada pita serapan dibawah 814 cm^{-1} yang menunjukkan adanya vibrasi ulur

Gd-N yang muncul pada produk 1 dengan bilangan gelombang $770,75\text{ cm}^{-1}$, sedangkan pada produk 2 dan 3 tidak terbentuk. Pita serapan pada produk 1 tersebut menunjukkan ikatan Gd dengan nitrat, yang diperkuat dengan munculnya vibrasi N-O pada bilangan gelombang $1083,99\text{ cm}^{-1}$. Hasil spektra IR pada produk 1, 2, dan 3 terdapat puncak utama yang menunjukkan adanya vibrasi tekuk ion nitrat (NO_3^-) pada bilangan gelombang $1380\text{-}1350\text{ cm}^{-1}$. Produk 1 muncul pada bilangan gelombang $1372,43\text{ cm}^{-1}$, produk 2 muncul pada bilangan gelombang $1380,13\text{ cm}^{-1}$, dan pada produk 3 muncul pada bilangan gelombang $1380,23\text{ cm}^{-1}$. Hal tersebut diperkuat dengan adanya pita serapan vibrasi tekuk N=O pada bilangan gelombang $1604,75\text{ cm}^{-1}$ pada produk 1, $1596,83\text{ cm}^{-1}$ pada produk 2, dan $1380,23$ pada produk 3.



Gambar 4. 3 Spektra IR $\text{Gd}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 2-metil imidazol standard dan produk hasil sintesis pada variasi waktu sintesis 24,48, dan 72 jam

Spektra IR pada Gambar 4.1 pita serapan yang muncul tidak menunjukkan adanya indikasi 2-metil imidazol. Hal ini dapat dilihat pada Tabel 4.2 yang menunjukkan tidak terdeteksinya pita serapan 2-metil imidazol. Spektra IR pada 2-metil imidazol memiliki pita serapan vibrasi tekuk C-N pada bilangan gelombang $994,31\text{ cm}^{-1}$, vibrasi ulur C-N aromatis pada bilangan gelombang $1114,33\text{ cm}^{-1}$, vibrasi tekuk C=C aromatis pada bilangan gelombang $1445,61\text{ cm}^{-1}$, dan vibrasi C=N pada bilangan gelombang $1595,77\text{ cm}^{-1}$. Sehingga dapat diasumsikan senyawa kompleks belum terbentuk. Hal ini diperkuat dengan tidak munculnya pita serapan pada bilangan gelombang $600\text{-}430\text{ cm}^{-1}$ yang mengindikasikan adanya ikatan M-N ($M=\text{metal}$) pada senyawa kompleks. Menurut Malecki dkk., 2012 senyawa kompleks yang terbentuk ikatan antara atom N pada cincin imidazol dengan logam akan muncul pada bilangan gelombang $600\text{-}430\text{ cm}^{-1}$.

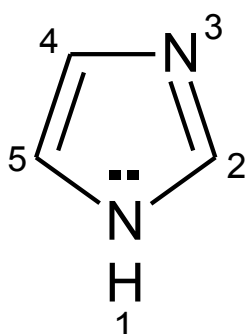
Tabel 4. 2 Data bilangan gelombang 2-Metil Imidazol dan interpretasi spektra IR senyawa kompleks Gd-2-Metil Imidazol

Gugus Fungsi	Gd(NO ₃) ₃ .6H ₂ O	2-Metil Imidazol	Bilangan Gelombang Standard dan yang teramati pada sampel (cm ⁻¹)		
			Produk 1 (24 Jam)	Produk 2 (48 Jam)	Produk 3 (72 Jam)
Vibrasi ulur Gd-N	<i>out-of-plane deformation</i> ~814	-	770,75	-	-
Vibrasi Tekuk C-H	-	754,84	-	-	-
Vibrasi Tekuk C-N	-	994,31	-	-	-
Vibrasi N-O	1041,547	-	1083,99	-	-
Vibrasi Ulur C-N Aromatis	-	1114,33	-	-	-
Vibrasi tekuk NO ₃ ⁻	1380–1350	-	1372,43	1380,13	1380,23
Vibrasi Tekuk C=C Aromatis	-	1445,61	-	-	-
Vibrasi Tekuk N=O	1628,45	-	1604,75	1596,83	1588,93
Vibrasi Ulur C=N	-	1595,77	-	-	-
Vibrasi Ulur C-H	-	3024,62	-	-	-
Vibrasi ulur O-H	3211,506	-	3402,42	3453,37	3448,60

4.4 Analisa Kajian Sintesis Kompleks Gd(III)-2-Metil Imidazol

Pembentukan senyawa kompleks antara gadolinium(III) dan 2-metil imidazol ditentukan oleh sifat kimia unsur yang terlibat. Gadolinium(III) adalah logam lantanida, dan kemampuannya membentuk kompleks bergantung pada kimia koordinasi dan ligan yang tersedia. 2-metil imidazol adalah senyawa heterosiklik yang mengandung nitrogen dengan pasangan elektron bebas pada atom nitrogen. Ia dapat bertindak sebagai ligan dalam kompleks koordinasi. Namun, pembentukan kompleks antara gadolinium(III) dan 2-metil imidazol bergantung pada berbagai faktor, termasuk ukuran, muatan, dan preferensi koordinasi ion logam. Tanpa informasi spesifik mengenai preferensi koordinasi dan sifat gadolinium(III) dengan 2-metil imidazol, sulit untuk memberikan penjelasan rinci tentang kurangnya pembentukan kompleks.

Imidazol dapat berfungsi sebagai asam maupun basa. Kekuatan asam pada imidazol lebih kuat dibandingkan dengan alkohol, melainkan lemah dibandingkan dengan fenol dan imida. Hal ini disebabkan adanya proton asam yang terletak pada N-1. Imidazol juga dapat bertindak sebagai basa. Sisi basa pada imidazole terletak pada N-3 dan diperoleh nilai pK_a dari asam konjugat berada pada kisaran 7 sehingga imidazol ini dapat bersifat enam puluh kali lebih basa dibandingkan dengan piridin (Harahap, 2017). Hal ini dapat dilihat pada Gambar 4.3.



Gambar 4. 4 Struktur Imidazol

Berdasarkan teori asam basa Lewis, asam merupakan zat/senyawa yang dapat menerima pasangan elektron bebas dari zat/senyawa lain untuk membentuk ikatan baru, sedangkan basa adalah zat/senyawa yang dapat mendonorkan pasangan elektron bebas dari zat/senyawa lain untuk membentuk ikatan baru. Produk dari reaksi asam-basa Lewis merupakan senyawa kompleks. Dalam hal ini ion Gd^{3+} merupakan asam Lewis dan 2-metil imidazole sebagai basa lewis yang mendonorkan gugus N. Pada atom nitrogen (N-1) memiliki sifat seperti atom nitrogen pada pirol karena pasangan elektron bebas pada atom nitrogen ikut serta dalam sistem aromatik. Sehingga memiliki kekuatan lebih besar untuk mengikat logam daripada N piridin. Berdasarkan deret spektrokimia atau deret Fajans dan Tsuchida gugus N pirol pada 2-metil imidazole memiliki kekuatan ligan lebih besar dibandingkan NH_3 pada

$Gd(NH_3)_3$, sehingga N pirol mampu menggantikan ligan nitrat pada Gd(III) sehingga senyawa kompleks bisa terbentuk. Berikut ini deret Fajans dan Tsuchida ((Effendy, 2007).

$I^- < Br^- < S^{2-} < SCN^- < Cl^- < NO_3^- < F^- < urea - OH^- < OX^{2-} - O^{2-} < H_2O < NCS^- < CH_3CN < NH_3$
 $py < en < bipy - phen < NO_2^- < fosfina < C_6H_5^- < CN^- < CO$

Berdasarkan pendekatan logam lantanida dengan 2-metil imidazol pernah dilakukan oleh Cotton (2011) reaksi langsung lantanida halida dengan piridin menghasilkan kompleks piridin dari lantanida, dengan sintesis $[YCl_3py_4]$ dan $[LnCl_3py_4] \cdot 0,5py$ ($Ln = La, Er$). Semua ini mempunyai struktur bipiramida pentagonal, dengan dua klorin menempati posisi aksial. $[Ml_3py_4]$ ($M = Ce, Nd$) juga telah dilaporkan. Berbagai kompleks *N*-metil imidazol (*N*-Meim) telah dibuat, $[SmI_3(thf)_3]$ bereaksi dengan *N*-Meim membentuk persegi-antiprismatik $[Sm(Meim)_8]I_3$, sedangkan $[YX_2(N-Meim)_5]^+X^-$, ($X = Cl, Br$); $[YCl_2(N-Meim)_5]^+$, $[YCl_4(N-Meim)_2]^-$ dan $[Ce(NO_3)_3(N-Meim)_4]$ juga telah berhasil dibuat (Cotton, dkk. 2011). Akan tetapi pada hasil sintesis gugus nitrat pada Gd(III) masih ada berdasarkan hasil interpretasi FTIR. Sehingga penelitian lebih lanjut perlu dilakukan.

Kebasaan dan keasaman lunak maupun keras pada senyawa kompleks dapat menentukan keberhasilan pembentukan ikatan kovalen koordinasi pada senyawa kompleks. Teori asam-basa keras dan lunak (HSAB) adalah suatu pendekatan yang digunakan dalam kimia koordinasi untuk mengklasifikasikan senyawa-senyawa sebagai "lunak" atau "keras" berdasarkan karakteristik elektronik mereka. Asam keras (*hard acid*) adalah asam yang memiliki kecenderungan untuk berikatan dengan basa keras. Asam keras cenderung memiliki karakteristik elektronik yang kurang dapat beradaptasi atau bereaksi dengan pasangan elektron donor yang lunak. Basa keras (*hard base*) adalah basa yang cenderung berikatan dengan asam keras. Basa keras cenderung memiliki karakteristik elektronik yang kurang dapat beradaptasi atau bereaksi dengan pasangan elektron penerima yang lunak. Sedangkan asam lunak (*soft acid*) adalah asam yang lebih cenderung berikatan dengan basa lunak. Asam lunak cenderung memiliki karakteristik elektronik yang lebih dapat beradaptasi atau bereaksi dengan pasangan elektron donor yang lunak. Basa lunak (*soft base*) adalah basa yang lebih cenderung berikatan dengan asam lunak. Basa lunak cenderung memiliki karakteristik elektronik yang lebih dapat beradaptasi atau bereaksi dengan pasangan elektron penerima yang lunak.

Dalam konteks asam-basa keras dan lunak (HSAB), logam golongan lantanida memiliki karakteristik yang menarik. Pada umumnya, lantanida cenderung menunjukkan sifat asam basa keras, tetapi ada variasi di antara logam-logam dalam golongan ini. Beberapa karakteristik asam basa keras dan lunak pada logam golongan lantanida dapat dijelaskan sebagai berikut:

a. Asam Keras

Kecenderungan berikatan dengan ligan keras contohnya logam golongan lantanida, seperti cerium (Ce), praseodymium (Pr), dan neodymium (Nd), dapat berikatan dengan

ligan yang dianggap keras, seperti oksigen dan nitrogen. Ukuran ion seiring berpindah dari Ce ke Nd, ukuran ion cenderung mengecil, yang dapat meningkatkan karakter asam keras. Gadolinium (Gd) adalah unsur dalam golongan lantanida, dan karakteristik asam-basa keras atau lunak suatu unsur dapat bervariasi tergantung pada konteks penggunaannya. Umumnya, logam lantanida termasuk dalam kategori asam keras.

b. Asam Lunak

Variasi karakteristik elektronik logam golongan lantanida pada umumnya cenderung bersifat asam keras, beberapa logam, terutama yang terletak di ujung golongan, dapat menunjukkan karakteristik lebih lunak. Keadaan oksidasi logam dapat mempengaruhi karakteristik asam basa. Beberapa lantanida, seperti europium (Eu) dan terbium (Tb), dapat menunjukkan karakteristik basa lunak dalam keadaan oksidasi tertentu.

Ligan 2-metil imidazol adalah ligan yang bersifat dasar (basa) dalam konteks kimia koordinasi. Untuk menentukan apakah suatu ligan bersifat asam basa keras atau lunak, kita dapat merujuk pada teori asam-basa keras dan lunak (HSAB). 2-metil imidazol dapat dianggap sebagai ligan yang bersifat sedang, tidak terlalu keras atau lunak secara ekstrem. Ini karena memiliki atom nitrogen yang dapat menyumbangkan pasangan elektron, tetapi tidak sekeras ligan-ligan yang mengandung oksigen seperti hidroksida (OH^-) atau fluorida (F^-), dan tidak sehalus ligan-ligan yang mengandung sulfur seperti tiourea. Berdasarkan teori HSAB tersebut gadolinium(III) memiliki karakteristik asam kuat sedangkan 2-metil imidazole cenderung berkarakter sedang, sehingga memungkinkan sulitnya untuk bereaksi dengan gadolinium(III)

Analisis perbandingan mol pada sintesis senyawa kompleks gadolinium(III) dengan ligan basa lain berhasil disintesis oleh Benerjee, dkk., (2015). Pada sintesis tersebut gadolinium nitrat heksahidrat menggunakan perbandingan (1 mmol) yang dilarutkan dalam 5 mL metanol diikuti dengan penambahan amonium tiosianat (5 mmol), dan larutan metanol 1,10-phenanthroline (4 mmol). Campuran reaksi yang dihasilkan diasamkan dengan HNO_3 encer. Perbandingan logam-ligan tersebut didasarkan pada banyaknya atom donor pada ligan tersebut. Penelitian tersebut menghasilkan senyawa kompleks $[\text{Gd}(\text{Phen})_2(\text{SCN})_4]\cdot\text{NH}_4$ yang berbentuk kristal monoklinik. Selain perbandingan mol, pada penelitian berbasis gadolinium, ditambahkan asam encer. Penambahan asam encer pada sintesis gadolinium diperlukan apabila menggunakan menggunakan ligan berkarakteristik basa. hal ini bertujuan untuk medeprotonasi gadolinium menjadi bentuk ionnya.

Sintesis senyawa kompleks Gd-2-metil imidazole dengan *basic material* unsur tanah jarang dilakukan karena negara Indonesia merupakan negara yang memiliki potensi besar dalam menghasilkan unsur tanah jarang. Penguasaan teknologi dalam pengolahan unsur tanah jarang di Indonesia masih belum mencapai skala komersial dan sampai saat ini penelitian tentang unsur tanah jarang belum optimal. Hal ini disebabkan karena belum adanya penelitian khusus menggali potensi dan pemanfaatan unsur tanah jarang, khususnya

pada logam gadolinium(III) dengan ligan 2-metil imidazol. Hal tersebut sesuai dengan firman Allah pada surat An-Nahl Ayat 11 yang berbunyi:

يُنْبِتُ لَكُمْ بِهِ الزَّرْعَ وَالزَّيْتُونَ وَالنَّخِيلَ وَالْأَعْنَابَ وَمِنْ كُلِّ الثَّمَرَاتِ ۗ إِنَّ فِي ذَلِكَ لَآيَةً لِّقَوْمٍ يَتَفَكَّرُونَ

Artinya: *“Dengan (air hujan) itu Dia menumbuhkan untuk kamu tumbuh-tumbuhan, zaitun, kurma, anggur dan segala macam buah-buahan. Sungguh, pada yang demikian itu benar-benar terdapat tanda (kebesaran Allah) bagi orang yang berpikir”*.

Jalaluddin al-Mahalli dan Jalaluddin as-Suyuthi (2003) dalam tafsirnya menjelaskan bahwa (tumbuh-tumbuhan, zaitun, kurma, anggur dan segala macam buah-buahan) hal yang telah disebutkan itu, Allah menumbuhkan semuanya dari bumi dengan air yang sama, tetapi hasilnya berbeda, baik jenis, rasa, warna, bau, dan bentuknya. Karena itulah disebutkan dalam firman-Nya: Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar ada tanda (kekuasaan Allah) bagi kaum yang memikirkan, yakni petunjuk dan bukti yang menyatakan bahwa tidak ada Tuhan selain Allah. Pada kalimat selanjutny *إِنَّ فِي ذَلِكَ لَآيَةً لِّقَوْمٍ يَتَفَكَّرُونَ* yang menunjukkan akan keesaan Allah SWT mengenai ciptaan-Nya sehingga mereka mau beriman karenanya. Yakni petunjuk dan bukti yang menyatakan bahwa tidak ada Tuhan selain Allah. Disini Allah menitikberatkan kepada kalimat “orang yang berpikir” tergantung daripada makhluk Allah sebagai manusia untuk lebih dalam lagi melakukan eksplorasi ilmu-ilmu Allah untuk menunjukkan bahwasanya kekuasaan dan kebesaran Allah adalah benar-benar tidak adaandingannya. Allah Swt juga berfirman dalam surat al-Mulk ayat 3:

الَّذِي خَلَقَ سَبْعَ سَمَاوَاتٍ طِبَاقًا ۗ مَا تَرَىٰ فِي خَلْقِ الرَّحْمَنِ مِن تَمَؤْتٍ ۗ فَاَرْجِعِ الْبَصَرَ هَلْ تَرَىٰ مِن فُطُورٍ

Artinya : *“Yang telah menciptakan tujuh langit berlapis-lapis. Kamu sekali-kali tidak melihat pada ciptaan Tuhan Yang Maha Pemurah sesuatu yang tidak seimbang. Maka lihatlah berulang-ulang, adakah kamu lihat sesuatu yang tidak seimbang?”*

Tafsir as-Sa'di yang ditulis oleh Syaikh Abdurrahman bin Nashir as-Sa'di, pakar tafsir abad 14 H menjelaskan pada kalimat yang artinya “Yang telah menciptakan tujuh langit berlapis-lapis” maksudnya masing-masing bersusun rapi, di mana yang satu di atas yang lain dan bukan hanya satu lapis saja. Hal ini meeunjukkan bahwa Allah Swt menciptakannya dengan amat baik dan sempurna. Kalimat “Kamu sekali-kali tidak melihat pada ciptaan Rabb Yang Maha Pemurah sesuatu yang tidak seimbang” yakni cela dan kekurangan. Karena terbebas dari kekurangan dari berbagai seginya, maka ciptaan tersebut menjadi baik, sempurna, dan serasi di berbagai halnya, baik dari segi warna, kondisi, ketinggian dan dengan adanya matahari, bulan, bintang yang bercahaya, bintang yang tetap berada di tempatnya dan yang berpindah. Karena kesempurnaan penciptaan langit dan bumi bisa dilihat dan diketahui, maka Allah memerintahkan agar selalu dipandangi dan direnungkan seluruh penjurunya seraya berfirman, “Maka lihatlah berulang-ulang,” maksudnya, pandanglah berulang-ulang

seraya memetik pelajaran. “Adakah kamu lihat sesuatu yang tidak seimbang,” maksudnya, apakah ada kekurangan dan ketimpangan?. Hal ini menunjukkan bahwa kita harus terus mengambil pelajaran dari diciptakannya alam ini termasuk isinya.

Hal ini dapat diaplikasikan pada saat proses sintesis senyawa kompleks Gd-2-metilimidazole dengan menggunakan variasi waktu sintesis menghasilkan senyawa kompleks yang berbeda-beda. Dalam penelitian kali ini diperoleh senyawa kompleks kompleks Gd-2-metilimidazole bentuk amorf. Proses karakterisasi menggunakan XRD menghasilkan fasa struktur yang berbeda. Hasil karakterisasi tersebut, keseluruhan hasil karakterisasi menunjukkan kedua kompleks tersebut memiliki karakteristik yang berbeda satu sama lain. Hal tersebut menunjukkan bagaimana kebesaran Allah sudah ditunjukkan dengan ciptaan-Nya yang begitu memberi keberuntungan dengan adanya niat untuk mempelajari dan mengeksplorasi dari makhluk terutama manusia sebagai ciptaan Allah yang berakal. Ilmu Allah yang harus dieksplor lebih banyak dan lebih mendalam lagi adalah mengenai sintesis kompleks yang berasal dari unsur tanah jarang karena kompleks tersebut memiliki indikasi untuk mendapatkan produk sebagai kandidat material fungsional yang akan bermanfaat secara berkala. Meskipun hasil tidak sesuai yang diharapkan, prospek ke depan pada penelitian kali ini bisa mengeksplor sintesis Gd-2-metilimidazole dengan metode dan variasi yang berbeda, agar menghasilkan senyawa baru yang bisa difungsionalkan, mengingat potensi gadolinium(III) sebagai logam tanah jarang dan ligan 2-metilimidazole yang begitu besar, baik dalam dunia medis, industry, elektronik, maupun fotodegradasi. Oleh sebab itu, keseluruhan yang ada di bumi ini termasuk unsur tanah jarang merupakan rahmat Allah yang diciptakan tanpa sia-sia dan sangat bernilai harganya bagi orang-orang yang berfikir dan mengambil hikmah di dalamnya.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Sintesis senyawa kompleks dari logam gadolinium(III) dengan ligan 2-metil imidazole telah dilakukan. Berdasarkan hasil sintesis dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

- a. Hasil sintesis senyawa kompleks Gd-2-metil imidazol dengan metode solvotermal pada variasi waktu 24, 48, dan 72 jam dapat dilihat dari perbedaan struktur fisik dan karakteristik senyawa kompleks yang dihasilkan. Pada waktu sintesis 24 jam terbentuk serbuk putih yang halus, sedangkan pada waktu 48 jam berbentuk serbuk putih dan sedikit krsital, dan pada waktu 72 jam berbentuk serbuk warna putih kekuningan dan ada sedikit Kristal.
- b. Karakteristik senyawa kompleks Gd-2-metil imidazole hasil sintesis menunjukkan pola difraksi sinar-X yang berbeda dengan standar. Hasil sintesis pada ketiga produk menunjukkan struktur amorf dengan terindikasi banyaknya nois yang muncul dan tidak terdapat serapan puncak-puncak yang tajam. Puncak difraksi yang terbetuk pada hasil sintesis menunjukkan kesesuaian dengan senyawa Gd_2O_3 yang dapat dibuktikan dengan adanya kesesuaiannya puncak pada posisi $2\theta = 20,142; 28,636; \text{ dan } 49,199^\circ$. Karakterisasi menggunakan FTIR menunjukkan puncak karakteristik yang mirip dengan *precursor* $Gd(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$. Hal ini ditunjukkan dengan adanya vibrasi tekuk ion nitrat (NO_3^-) pada bilangan gelombang 1380-1350 cm^{-1} . Produk 1 muncul pada bilangan gelombang 1372, 43 cm^{-1} , produk 2 muncul pada bilangan gelombang 1380,13 cm^{-1} , dan produk 3 muncul pada bilangan gelombang 1380,23 cm^{-1} . Hal tersebut diperkuat dengan adanya pita serapan vibrasi tekuk N=O pada bilangan gelombang 1604,75 cm^{-1} pada produk 1, 1596,83 cm^{-1} pada produk 2, dan 1380,23 cm^{-1} pada produk 3.

5.2 Saran

- a. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut dengan suhu sintesis yang lebih rendah untuk mengetahui hasil sintesis yang memiliki tingkat kristalinlitas yang tinggi
- b. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut dengan melakukan perbandingan mol antara logam gadolinium(III) dengan ligan 2-metil imidazole
- c. Perlu dilakukan penambahan asam encer pada campuran gadolinium(III) dengan 2-metil imidazole setelah dilarutkan dengan DMF
- d. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut dengan ligan jenis imidazole lain untuk membandingkan hasil

DAFTAR PUSTAKA

- Abuskhuna S., Briody J., Mc. Cann, Devereux M., Kavanagh K., Barreira-Fontecha J., McKee V.,(2004), "Synthesis, structure and anti-fungal activity of dimeric Ag(I) complexes containing bis-imidazole ligands", *Polyhedron*, 23, Hal. 1249-1255
- Agustinus, Eko, T.S. 2009. Sinternationalesis Hidrotermal Atapulgit Berbasis Batuan Gelas Vulkanik (Perlit) : Perbedaan Perlakuan Statis Dan Dinamis Pengaruhnya Terhadap Kuantitas Dan Kualitas Kristal. *Puslit Geoteknologi Komplek LIPI*.
- Bhatnagar A., Sharma, and Kumar., (2011), "A Review on "Imidazoles": Their "Chemistry and Pharmacological Potentials", *International Journal of Pharm Tech Research*, 3, Hal. 268–282.
- Clough,Thomas j, dkk., Ligand Design Strategies to Increase Stability of Gadolinium-Based Magnetic Resonance Imaging Contrast Agents. *Nature Communication*, 2019. DOI: 10.1038/s41467-019-09342-3.
- Cohen, S. M. dkk. 2000. Syntheses And Relaxation Rproperties of Mixed Gadolinium Hydroxypyridinonate MRI Contrast Agents. *Journal Inorganic Chemistry*. 39, 5747–5756
- Cotton, F.Albert dan Wilkinson,G. 1989. Kimia Anorganik Dasar. Jakarta : Penerbit Universitas Indonesia.
- Effendy. 2017. Molekul, Struktur, dan Sifat-Sifatnya. Malang: Indonesian Academic Publishing.
- Erer, Hakan, dkk., Synthesis, Spectroscopic, Thermal Studies, Antimicrobial Activities and Crystal Structures of Co(II), Ni(II), Cu(II) And Zn(II)-Orotate Complexes with 2-Methylimidazole. *Polyhedron*. 28 (2009) 3087–3093
- European Medicines Agency. 2010. *Assessment report for Gadolinium-Containing Contrast Agents*. EMA/740640/2010 44
- Fauzia, Ratna Putri, dkk., Modifikasi Metode Sintesis Gadolinium Dietilentriaminpentaasetat sebagai Senyawa Pengontras Magnetic Resonance Imaging. *Chimica et Natura Acta* Vol.4 No.1, April 2016: 7 -15
- Frenzel, T., Lengsfeld, P., Schirmer, H., Hütter, J. & Weinmann, H. J. 2008. Stability of Gadolinium-Based Magnetic Resonance Imaging Contrast Agents in Human Serum at 37 Degrees C. *Journal Investigative Radiology*. 43, 817–828

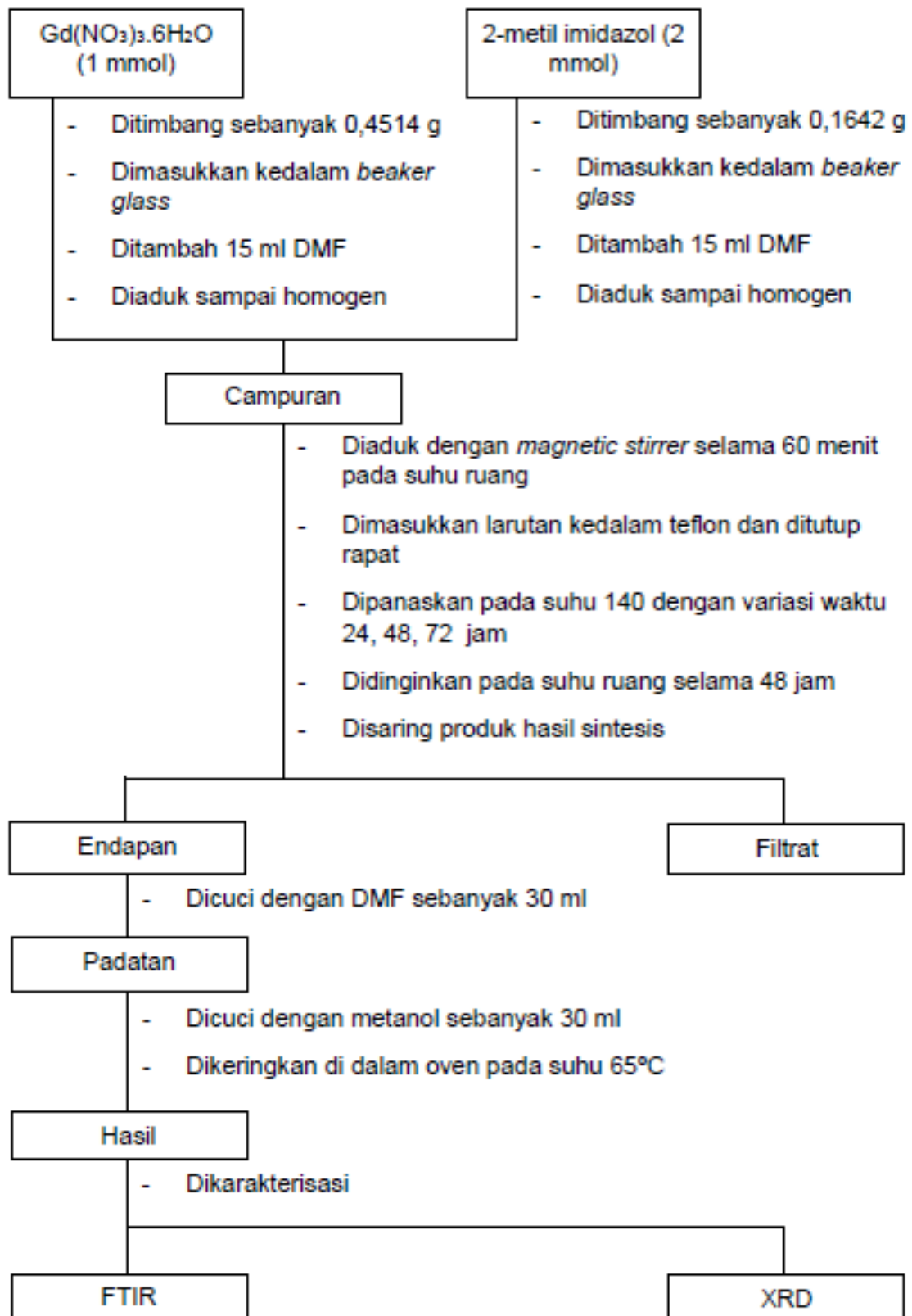
- Grobner, T. 2006. Gadolinium: a Specific Trigger for the Development of Nephrogenic Fibrosing Dermopathy and Nephrogenic Systemic Fibrosis. *Journal Nephrol Dial Transplant*. 21, 1104–1108
- Gupta, A.K. and M. Gupta, Synthesis and Surface Engineering of Iron Oxide Nanoparticles for Biomedical Applications. *Biomaterials*, 2005. 26(18): p. 3995-4021.
- Hamdan, Faiz. 2021. Sintesis Kompleks Mangan (II) dengan Ligan 2-Metil Imidazol menggunakan Metode Solvotermal. *Skripsi*. Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim: Malang.
- Harahap, Hotma Wardhani. 2017. Sintesis Senyawa Kompleks Co(II) dengan Ligan 2-Metil Imidazol dan 2,4,5-Trifenil-1Himidazol Sebagai Agent Anti Kanker. *Tesis*. Fakultas Matematika dan Ilmu Alam, Institut Teknologi Sepuluh Nopember: Surabaya
- Huang, N. Xi, Q. dan L. Liu. 2008. Imidazoles. *Comprehensive Heterocyclic Chemistry III. Module in Chemistry, Molecular Sciences and Chemical Engineering*, 4: 143-364.
- International Agency for Research on Cancer (IARC). 2013. *Some Chemicals Present in Industrial and Consumer Products, Food and Drinking-Water*. WHO Press: Geneva
- Kadota, Kentaro., Easan Sivaniah., Sareeya Bureekaew., Susumu Kitagawa., dan Satoshi Horike. 2017. Synthesis of Manganese ZIF-8 from $[\text{Mn}(\text{BH}_4)_2 \cdot 3\text{THF}] \cdot \text{NaBH}_4$. *American Chemistry Society*. Vol. 56, 15, 8744–8747
- Kahardina. 2015. Pengaruh Perbandingan Pelarut Etanol dan Dimetilformamida pada Sintesis Metal Organik Framework Hkust-1. *Akta Kimindo Vol. 1*: 25-33.
- Kang, K.Y., Lee, B.I., Lee J.S.,(2009). Hydrogen Adsorption on Nitrogen-Doped Carbon Xerogels. *Carbon*, Vol. 47, Hal 1171-1180
- Martak F., Agus W., Dicky L., M. Tajudin M.A., Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Mangan(II) dengan Ligan 2-(4-Klorofenil)-4,5-Difenil-1H-Imidazol. *Akta Kimindo Vol. 3(2)*, 2018: 159-174
- Maulana, I., Mulyasih, Y & Hastiawan, I. (2008). *Pembentukan Senyawa Kompleks dari Logam Gadolinium dengan Ligan Asam Dietilentriaminpentaasetat (DTPA)*. Universitas Padjadjaran. Jatinangor.
- Mukherjee K, Bhattacharyya S, and Peralta-Yahya P. 2015. GPCR-Based Chemical Biosensors for Medium-Chain Fatty Acids. *ACS Synthetic Biology*, 4(12):1261-9
- Nasution, Erika, dan Surya Handayani. 2019. Analisis Gugus Fungsi Gadolinium Karbonat ($\text{Gd}_2(\text{CO}_3)_3 @ \text{PEG}$) dengan Metode Solvotermal. *Grahatani*, Vol. 05 (3): 803-808.

- Nasution, Erika, dkk., Studi Awal Sintesis Partikel Gadolinium Karbonat ($Gd_2(CO_3)_3@PEG$) Menggunakan Metode Solvotermal. *Prosiding SKF 2015*. Institut Teknologi Bandung (ITB): Bandung
- National Toxicology Program (NTP). 2004. Toxicology and carcinogenesis studies of 2-methylimidazole (Cas No. 693–98–1) in F344/N rats and in B6C3F1 mice (feed studies). NIH Publication No. 05-4456. PMID:15625556, Hal: 5161–292.
- Ningsih, Sherly Kusuma Warda. 2016. *Sintesis Anorganik*. UNP Press: Padang
- Noro S. 2013. *Metal–Organic Frameworks. In Comprehensive Inorganic Chemistry II* (Second Edition). (eds. J. Reedijk and K. Poeppelmeier). Elsevier, Amsterdam. pp. 45–71.
- Paone, D. V. dan Shaw, A. W., (2008), Synthesis of tri-and tetrasubstituted imidazoles. *Tetrahedron Letters, Elsevier*, (49), Hal. 6155-6159
- Pujiono, Fery Eko dan Fahimah Martak. 2015. Studi Sintesis Senyawa Kompleks Mangan (II) 2,4,5-trifenilimidazol dengan Metode Solvotermal. *Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia VI*, ISBN: 979363174-0.
- Rahmadani, Elisa. 2019. Sintesis dan Karakterisasi Zeolit X dari Kaolin dengan Variasi Rasio Mol Na_2O/SiO_2 Menggunakan Metode Hidrotermal. *Skripsi*. Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Maulana Malik Ibrahim: Malang
- Rogosnitzky, M. & Branch, S. 2016. Gadolinium-Based Contrast Agent Toxicity: A Review Of Known and Proposed Mechanisms. *Biometals*. 29, 365–376
- Somiya, S. dan Roy, R., (2000), "Hydrothermal Synthesis of Fine Oxide Powders", *Bulletin of Material Science*, Vol. 23, Hal. 453-460.
- Spradlin, Meredith, and Ryan Murphy. 2017. Viability of Gadolinium-Based Contrast Agents in Magnetic Resonance Imaging. *Infographics*. Department of Chemistry, Texas A&M University: Texas
- Sulistiyo, Yudi Aris. Ratna Ediaty., Muhammad Nadjib., dan Didik Prasetyoko. 2015. Pola Pertumbuhan Kristal ZIF-8 Hasil Sintesis Secara Solvotermal Pada Suhu Rendah. *Prosiding Seminar Nasional Kimia*. Hal. 144-148.
- Suprpto, Subtanta Joko. 2016. *Tinjauan Tentang Unsur Tanah Jarang*. Pusat Sumber Daya Geologi: Bandung
- Toma, A., Otsuji, E., Okamoto, Y., Ichikawa, D., Hagiwara, A., Ito, H., Nishimura, T., dan Yamagishi, H., 2005, Monoclonal Antibody A7-Superparamagnetik Iron Oxide As Contrast Agent of MR Imaging of Rectal Carcinoma, *British Journal of Cancer*, Vol. 93(1), Hal.131-136

- Trivedi, M. K., Alice B, Dahryn T., Gopal N., Gunin S., and Snehasis J., Physical and Structural Characterization of Biofield Treated Imidazole Derivatives. *Natural Product Chemistry and Research*, 2015, 3:5
- Venna, S. R., dan Moises A. Carreon. 2009. Highly Permeable Zeolite Imidazolate Framework-8 Membranes for CO₂/CH₄ Separation. *Journal of the American Chemical Society*, 132: 76–78.
- Wahyuningrum, D. (2008), Sintesis Senyawa Turunan Imidazol dan Penentua Aktivitas Inhibisi Korosinya Pada Permukaan Baja Karbon. *Tesis*, Institut Teknologi Bandung.
- Wang, D.D., Ruohong S., Jijia Z., Sixiang S., Huihui W., Pengping X., Hui W., Guoliang X., Todd E. B., Weibo C., Zhen G., Qianwang C., Photo-Enhanced Singlet Oxygen Generation of Prussian Blue-Based Nanocatalyst for Augmented Photodynamic Therapy. *IScience*. 2018. Vol. 9: 14-26
- Werner, E. J., Datta, A., Jocher, C. J. & Raymond, K. N. High-relaxivity MRI Contrast Agents: Where Coordination Chemistry Meets Medical Imaging. *Angewandte Chemie International*, Edition: 47, 8568–8580 (2008).
- Xu, dkk., Controllable Synthesis of Rare Earth (Gd³⁺, Tm³⁺) Doped Prussian Blue For Multimode Imaging Guided Synergistic Treatment. *Dalton Transactions*, 2020. DOI: 10.1039/D0DT02152K.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir Sintesis Gadolinium-2-Metil Imidazol



Lampiran 2. Perhitungan

- Penentuan massa padatan gadolinium(III) nitrat heksahidrat

$$\text{Mr Gd(NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 451,4 \text{ gr/mol}$$

$$\text{Mol yang digunakan} = 1 \text{ mmol} = 1 \cdot 10^{-3} \text{ mol}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa Gd(NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= \text{mol Gd(NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \times \text{mr Gd(NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \\ &= 1 \cdot 10^{-3} \text{ mol} \times 451,4 \text{ gr/mol} \\ &= 0,4514 \text{ gram} \end{aligned}$$

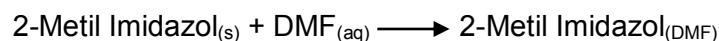
- Penentuan massa padatan 2-metil imidazole

$$\text{Mr 2-metil imidazol} = 82,10 \text{ gr/mol}$$

$$\text{Mol yang digunakan} = 2 \text{ mmol} = 2 \cdot 10^{-3} \text{ mol}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa 2-metil imidazole} &= \text{mol 2-metil imidazole} \times \text{mr 2-metil imidazole} \\ &= 2 \cdot 10^{-3} \text{ mol} \times 82,10 \text{ gr/mol} \\ &= 0,1642 \text{ gram} \end{aligned}$$

- Perhitungan Stoikiometri Massa Senyawa Hasil Sintesis



Mula-mula	1 mmol	2 mmol	-
Bereaksi	1 mmol	1 mmol	1 mmol
Seimbang	0	1 mmol	1 mmol

Sehingga diperoleh mol Gd(III)-2-metil imidazole 1 mmol

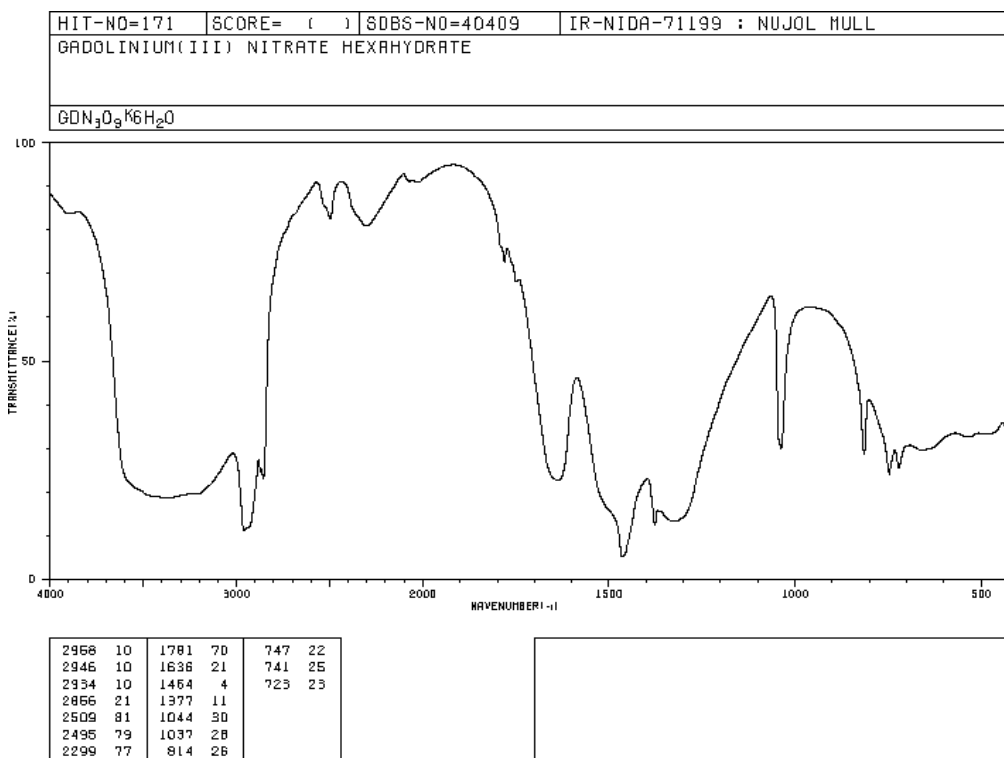
$$\text{Mol Gd(III)-2-metil imidazole} = \frac{\text{massa Gd(III)-2-metil imidazole}}{\text{Mr Gd(III)-2-metil imidazole}}$$

$$1 \text{ mmol} = \frac{\text{massa Gd(III)-2-metil imidazole}}{239,35 \text{ gr/mol}}$$

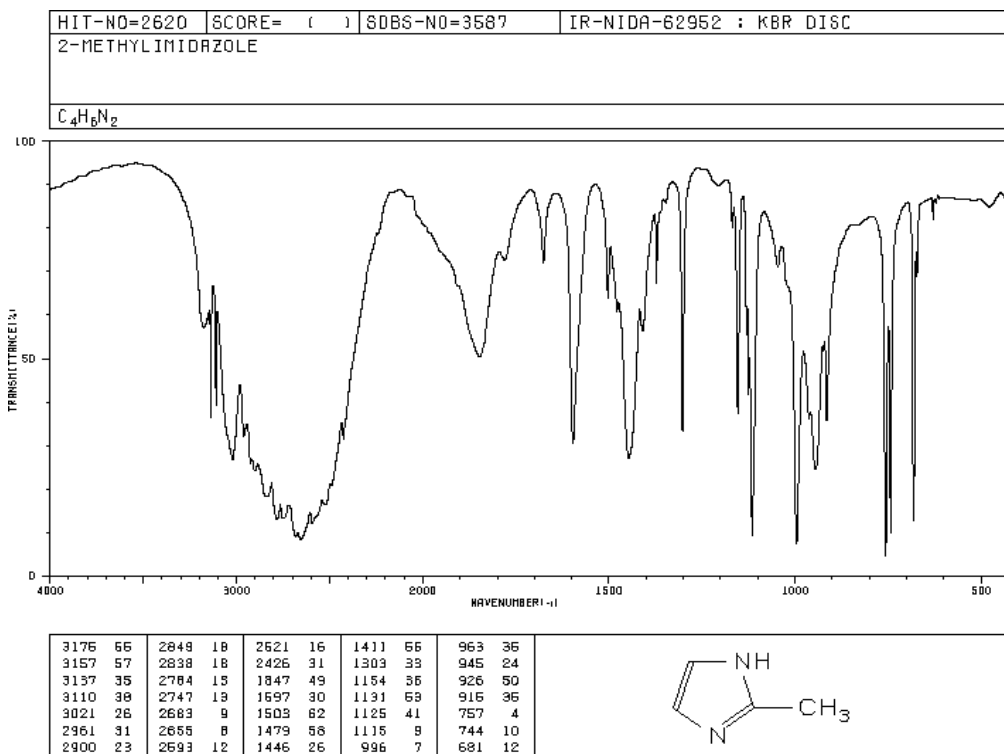
$$\begin{aligned} \text{massa Gd(III)-2-metil imidazole} &= 1 \text{ mmol} \times 239,35 \text{ gr/mol} \\ &= 239,35 \text{ mg} \\ &= 0,23935 \text{ gr} \end{aligned}$$

Lampiran 3. Hasil Karakterisasi FTIR

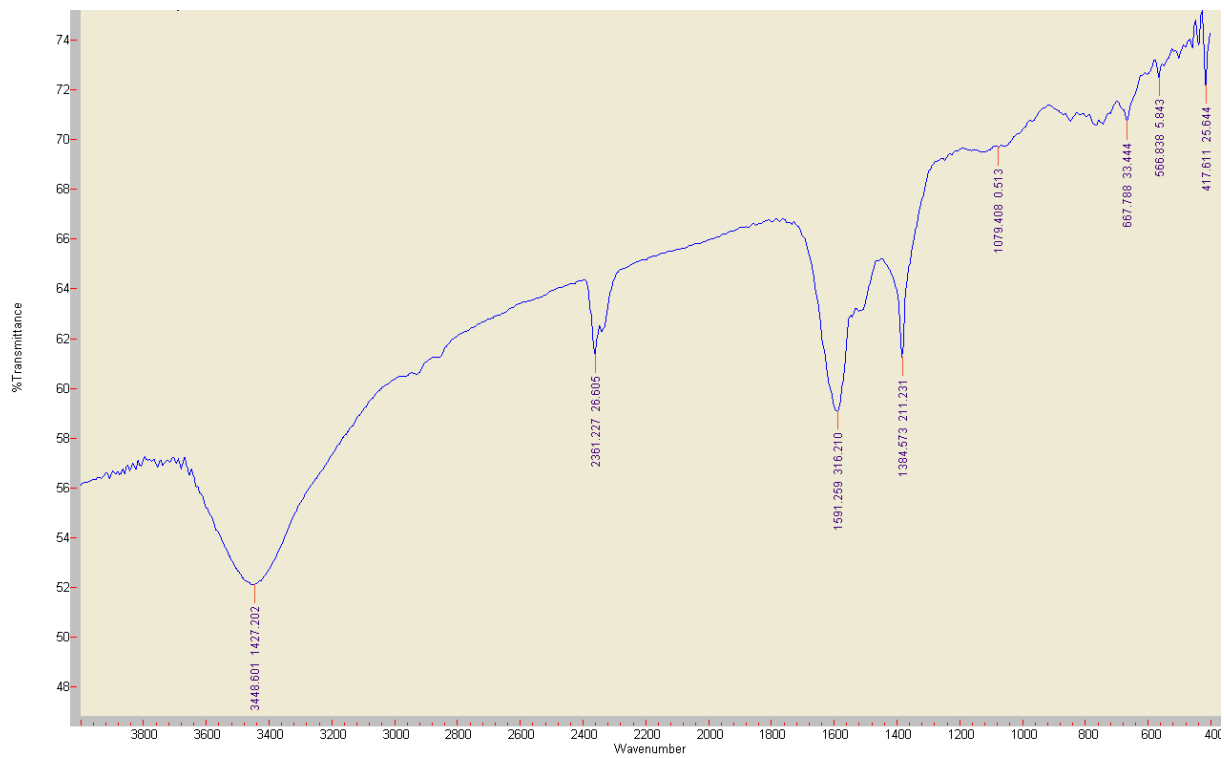
L.3.1 Spektra IR Gadolinium Nitrat Heksahidrat (SDBS no. 40409)



L.3.2 Spektra IR 2-Metil Imidazol (SDBS no. 3687)



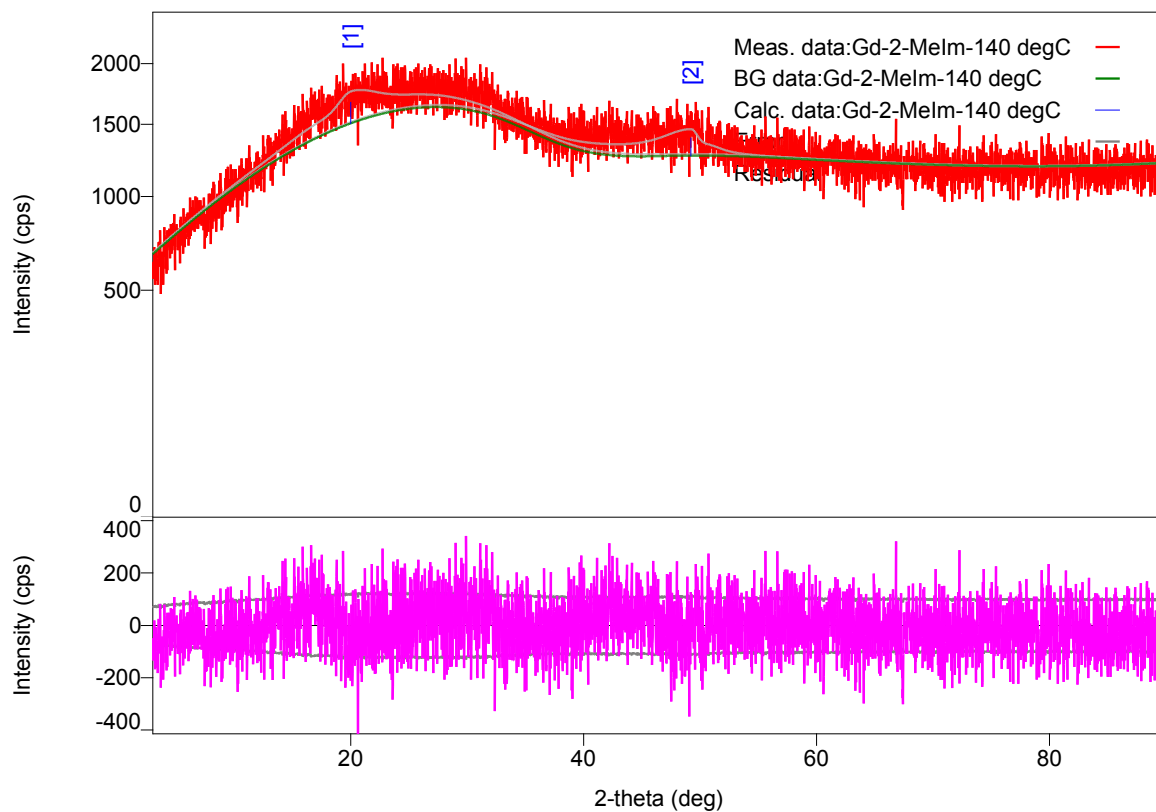
L.3.5 Gd-2-Metil Imidazol Waktu Variasi 72 Jam



Gambar L.3. 3 Spektrum IR dari Kompleks Gadolinium(III)-2-metil imidazol Waktu Variasi 72 Jam

Lampiran 4. Difraktogram Hasil Karakterisasi Menggunakan *powder* XRD

L.4.1 Gd-2-Metil Imidazol Waktu Variasi 24 Jam

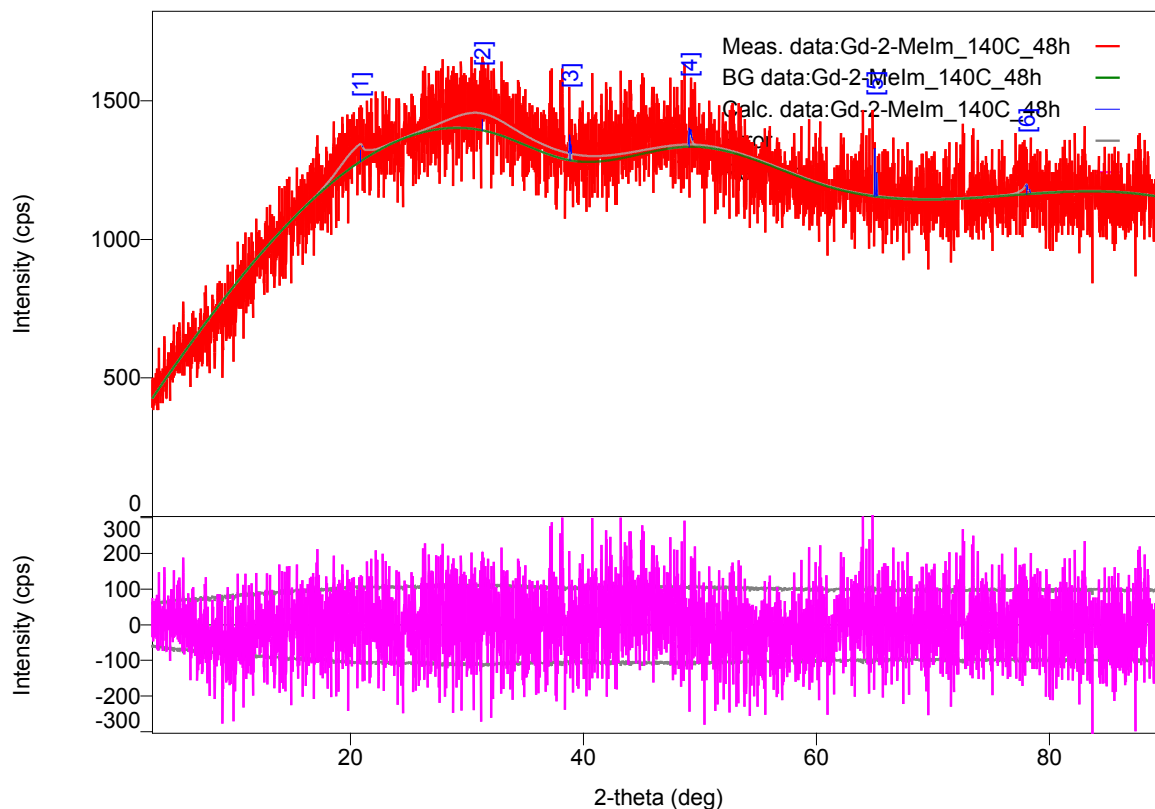


Gambar L.4. 1 Difraktogram Kompleks Gadolinium(III)-2-metil imidazol Waktu Variasi 24 Jam

Tabel L.4. 1 *Peak* Kompleks Gd-2-Metil Imidazol Waktu Variasi 24 Jam

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	20.01(13)	4.43(3)	170(38)	6.2(6)	2246(146)	13(4)	0.50(13)
2	49.24(12)	1.849(4)	129(33)	5.4(7)	1497(136)	12(4)	4.6(19)

L.4.2 Gd-2-Metil Imidazol Waktu Variasi 48 Jam

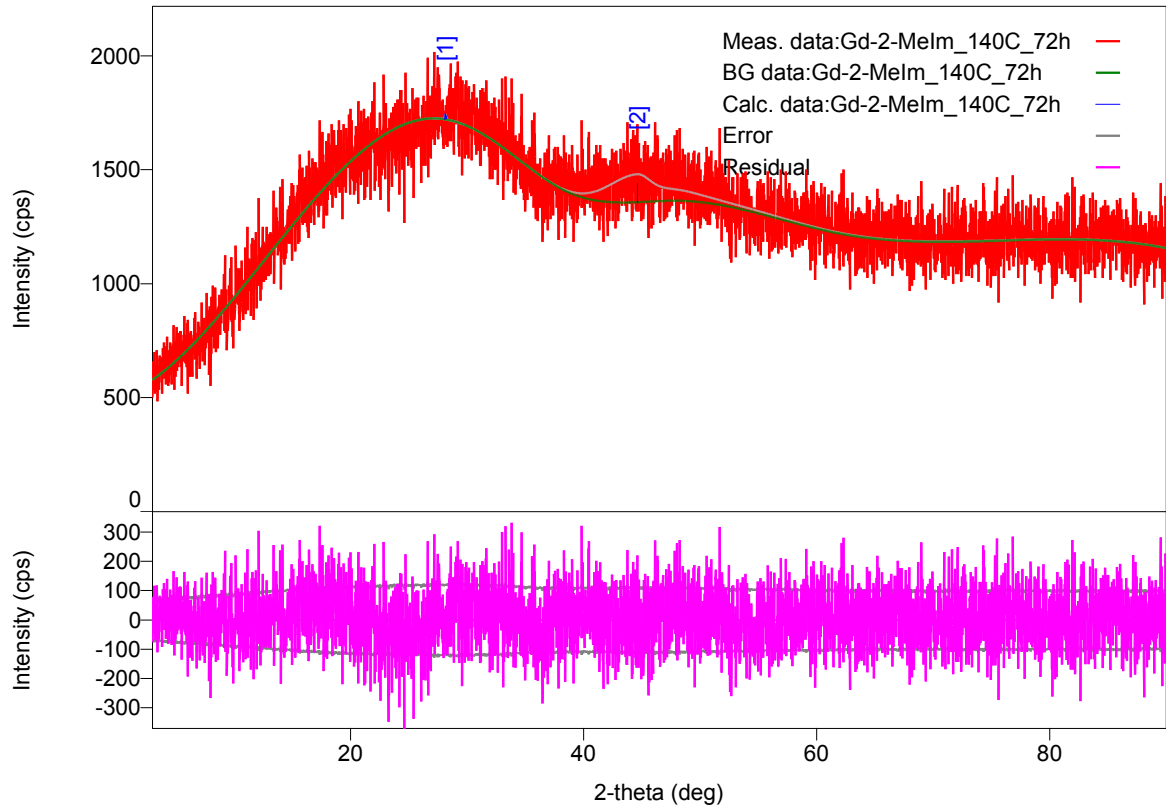


Gambar L.4. 2 Difraktogram Kompleks Gadolinium(III)-2-metil imidazol Waktu Variasi 48 Jam

Tabel L.4. 2 Peak Kompleks Gd-2-Metil Imidazol Waktu Variasi 48 Jam

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	20.9(3)	4.26(7)	42(19)	2.2(6)	116(56)	3(3)	5(5)
2	31.3(14)	2.85(12)	41(18)	7.5(19)	523(91)	13(8)	0.6(2)
3	38.85(2)	2.3160(13)	69(24)	0.06(11)	5(8)	0.07(14)	5(253)
4	49.09(13)	1.854(5)	60(22)	0.11(19)	12(10)	0.2(2)	0.5(13)
5	65.02(2)	1.4333(4)	171(38)	0.02(2)	4(5)	0.03(3)	2(51)
6	78.06(13)	1.2232(17)	29(16)	0.3(4)	18(15)	0.6(9)	5(33)

L.4.3 Gd-2-Metil Imidazol Waktu Variasi 72 Jam



Gambar L.4. 3 Difraktogram Kompleks Gadolinium(III)-2-metil imidazol Waktu Variasi 72 Jam

Tabel L.4. 3 Peak Kompleks Gd-2-Metil Imidazol Waktu Variasi 72 Jam

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	28.13(11)	3.169(12)	24(14)	0.1(3)	2(9)	0.1(4)	1(18)
2	44.6(3)	2.028(11)	82(26)	4.9(9)	611(172)	7(4)	1.4(9)

